



AGENCE FRANÇAISE
DE SÉCURITÉ SANITAIRE
DES ALIMENTS

Lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité des modules de filtration et de l'efficacité des procédés membranaires

Avant-propos

L'Agence française de sécurité sanitaire des aliments (Afssa) a créé, sur proposition du Comité d'experts spécialisé « Eaux » (CES « Eaux »), un groupe de travail dénommé "Lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité des modules de filtration et de l'efficacité des procédés membranaires pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine", chargé de définir les principes d'évaluation et une démarche scientifique permettant de vérifier :

- l'innocuité des modules de filtration membranaire,
- l'efficacité des procédés mettant en œuvre les modules de filtration membranaire.

Le travail du groupe porte exclusivement sur les procédés membranaires utilisés dans des chaînes de traitement pour la production d'eau de distribution destinée à la consommation humaine en vue de la révision de la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995.

Composition du groupe de travail (autosaisine 2005-SA-0214)

Président :

M. Antoine MONTIEL
Président du CES "Eaux"

Membres :

Mme Christelle AUTUGELLE

CARSO - LYON

Personnalité compétente auprès de l'Afssa

Mme Bénédicte WELTE

Eau de Paris - PARIS

Membre du CES "Eaux"

M. Pierre AIMAR

Université Paul Sabatier - Laboratoire de génie chimique (LGC) - TOULOUSE

Personnalité compétente auprès de l'Afssa

M. Gilbert ALCAYDE

Membre du CES "Eaux"

M. Marc BOUALAM

Institut Pasteur de Lille (IPL)- SED Est - MAXÉVILLE

Personnalité compétente auprès de l'Afssa

M. Paul CHAMBON

Membre du CES "Eaux"

M. Michel JOYEUX

Eau de Paris - PARIS

Membre du CES "Eaux"

M. Pierre LEROY

Personnalité compétente auprès de l'Afssa

M. Maxime PONTIÉ

Université d'Angers - Groupe analyses et procédés - ANGERS

Membre du CES "Eaux"

M. René SEUX

Membre du CES "Eaux"

Autres experts :

Mme Evelyne TRINCKQUEL

Centre de recherche d'expertise et de contrôle des eaux de paris (CRECEP) - PARIS

Personnalité invitée

M. Patrick THOMAS

Institut Pasteur de Lille - Laboratoire des essais matériaux - LILLE

Personnalité invitée

Mme Sophie HERAULT

Ministère chargé de la santé

Mme Aurélie THOUET

Ministère chargé de la santé

Agence française de sécurité sanitaire des aliments - Direction de l'évaluation des risques nutritionnels et sanitaires :

Mme Juliette HOSPITALIER-RIVILLON

Unité d'évaluation des risques liés à l'eau

Coordonnatrice du groupe de travail

Mme Eléonore NEY

Unité d'évaluation des risques liés à l'eau

Coordonnatrice du groupe de travail

M. Georges POPOFF

Unité d'évaluation des risques liés à l'eau

Personnalités consultées par le groupe de travail :

Sociétés utilisatrices de membrane :

DEGREMONT / SUEZ - Mme Véronique BONNELYE

OTV / VEOLIA - M. Kader GAID

SAUR / STEREAU - M. Fabrice NAULEAU

Sociétés de fabrication de membrane :

AQUASOURCE - M. Nicolas MALLER

DOW - Mme Marie Rose DIEBOLD - M. Fabien CREUS

GE OSMONICS - M. Yves-Marie CHAPT

HYDRANAUTICS - M. Eddy CHAUMIEN

MEMCOR - M. Menelik GRAIS

PALL - Mme Nadine BRICKA - M. Denis VIAL

POLYMEM - M. Jean Michel ESPENAN

X FLOW - M. Ingo BLUME - M. Christian DINAUX

ZENON - M. Stéphane DARD

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	2
SOMMAIRE	4
TERMINOLOGIE CONCERNANT LES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	6
INTRODUCTION.....	12
1 HISTORIQUE ET REGLEMENTATION.....	14
1.1 CONTEXTE SANITAIRE	14
1.2 HISTORIQUE DE L'EVALUATION DES DOSSIERS SUR LES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE ET LES PROCEDES LES METTANT EN ŒUVRE	15
1.3 REGLEMENTATION	16
1.3.1 <i>Conditions de mise sur le marché et d'utilisation de matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine</i>	16
1.3.2 <i>Conditions de mise sur le marché et d'utilisation de produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine.....</i>	20
1.4 NORMES	23
2 OBJECTIFS ET CHAMP D'APPLICATION	24
2.1 PROBLEME POSE	24
2.2 OBJECTIF.....	24
2.3 DEFINITION DU CHAMP D'EXPERTISE	25
2.4 DESCRIPTION ET ROLE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	25
2.4.1 <i>La membrane.....</i>	25
2.4.2 <i>Les blocs.....</i>	26
2.4.3 <i>Procédures liées au conditionnement, à la mise en œuvre, au stockage, au nettoyage et à la désinfection</i>	26
3 INNOCUITE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	28
3.1 ÉVALUATION DE LA CONFORMITE DE LA FORMULATION DES ELEMENTS CONSTITUTIFS DU MODULE.....	28
3.1.1 <i>Principe d'évaluation de la conformité de la formulation des éléments constitutifs du module</i>	29
3.1.2 <i>Critères d'acceptabilité.....</i>	30
3.1.3 <i>Conclusions de l'examen de la composition chimique d'un module.....</i>	31
3.2 ÉVALUATION DE LA FORMULATION CHIMIQUE DES PRODUITS DE CONDITIONNEMENT, DE CONSERVATION, DE NETTOYAGE ET DE DESINFECTION ET EXAMEN DES PROTOCOLES PROPOSES PAR LE PETITIONNAIRE	32
3.3 REALISATION DES ESSAIS DE MIGRATION	33
3.3.1 <i>Matériel.....</i>	34
3.3.2 <i>Eau d'essai.....</i>	34
3.3.3 <i>Eau de rinçage.....</i>	35
3.3.4 <i>Famille de modules et module représentatif</i>	35
3.3.5 <i>Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif.....</i>	36
3.3.6 <i>Gestion des variantes.....</i>	39

3.3.7	<i>Critères d'acceptabilité</i>	40
3.4	CONCLUSIONS SUR L'INNOCUITE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	44
4	EFFICACITE DES PROCEDES DE TRAITEMENT METTANT EN ŒUVRE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	45
4.1	PROCEDURE ACTUELLE D'EVALUATION DE L'EFFICACITE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	45
4.2	PROPOSITIONS POUR L'EVOLUTION DE LA PROCEDURE	46
4.3	MODALITES D'EVALUATION DE L'EFFICACITE DE PROCEDES METTANT EN ŒUVRE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE POUR LA RETENTION DE PARTICULES OU DE COLLOÏDES	47
4.3.1	<i>Rétention de micro-organismes : protozoaires (Cryptosporidium, Giardia, amibes, etc.), bactéries, virus, algues, etc.</i>	48
4.3.2	<i>Rétention des particules et des colloïdes</i>	49
4.3.3	<i>Tests d'intégrité des modules de filtration membranaire</i>	49
4.4	CAS DES MEMBRANES SELECTIVES DES COMPOSES DISSOUS	50
4.5	CONCLUSIONS SUR LES PREUVES DE L'EFFICACITE D'UN PROCEDE METTANT EN ŒUVRE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE	51
5	CONDITIONS GENERALES DE MISE SUR LE MARCHE DES MODULES DE FILTRATION ET DES PROCEDES LES METTANT EN ŒUVRE	52
6	CONCLUSIONS.....	54
	ANNEXE 1 - CIRCULAIRE DGS/VS4/94/N°25 DU 16 MARS 1995	55
	ANNEXE 2 - MODELE DE PRESENTATION DES INFORMATIONS REQUISES SUR LA FORMULATION CHIMIQUE.....	71
	ANNEXE 3 - LISTE DE REFERENCE DES SUBSTANCES ET PRODUITS PRECONISES POUR LE CONDITIONNEMENT, LA CONSERVATION, LE NETTOYAGE ET LA DESINFECTION	73
	ANNEXE 4 - INFORMATIONS A FOURNIR POUR L'INSCRIPTION D'UN PRODUIT DANS LA LISTE DE REFERENCE DES SUBSTANCES ET PRODUITS PRECONISES POUR LE CONDITIONNEMENT, LA CONSERVATION, LE NETTOYAGE ET LA DESINFECTION	80
	ANNEXE 5- LISTE DES COMPOSES ORGANIQUES VOLATILS (ORGANOHALOGENES OU NON ORGANOHALOGENES) A ANALYSER A MINIMA	82
	ANNEXE 6 - LISTE INDICATIVE DES MICRO-ORGANISMES POUVANT ETRE UTILISES LORS DES ESSAIS DE RETENTION	84
	ANNEXE 7 - MODELE DE PRESENTATION DE L'AVIS RELATIF A LA MISE SUR LE MARCHE D'UN MODULE DE FILTRATION MEMBRANAIRE ET DU PROCEDE LE METTANT EN ŒUVRE	86

Terminologie concernant les modules de filtration membranaire

Abattement : rapport entre les concentrations d'un composé dans le filtrat et dans le rétentat. Le logarithme décimal de cette valeur, noté LRV (taux de rétention maximum) est fréquemment employé dans les publications anglo-saxonnes. Par définition $LRV = \log\left(\frac{100}{100 - R}\right)$ avec R représentant le taux de rétention en %.

Accessoire (produits assemblés) : produit fini utilisé dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine mais n'ayant pas de fonction de traitement de l'eau. Constitué d'au moins deux composants, il est caractérisé par sa nomenclature.

ACS : attestation de conformité sanitaire. Document apporté par le pétitionnaire prouvant la conformité à la réglementation en vigueur.

Agent colmatant : toute substance ou tout micro-organisme participant au colmatage.

Biocolmatage : voir colmatage d'origine biologique.

Bloc : assemblage de modules montés sur un même châssis et pouvant être isolés d'un point de vue hydraulique soit lorsque l'installation fonctionne, soit pour réaliser des essais. Est également appelé "Skid" ou "Rack" ou "Train".

Cartouche de filtration : assemblage "carter-filtre" employé comme étape de pré-filtration grossière avant la filtration membranaire en vue de limiter le colmatage des membranes.

Carter : enveloppe extérieure d'un module, que celui-ci soit formé de membranes tubulaires, spiralées ou fibres creuses. Il est constitué de polymères organiques ou de métaux. Il comporte un ou plusieurs piquages qui permettent la collecte du perméat (cas des filtrations intérieur/extérieur) ou l'alimentation et la circulation de l'alimentation (cas des membranes extérieur/intérieur). Dans ce dernier cas, il doit avoir la capacité de soutenir sans dommage la pression de service.

Coefficient de perméabilité hydraulique : flux d'eau qui traverse une membrane par unité de pression (exprimé en $m^3 \cdot s^{-1} \cdot m^{-2} \cdot Pa^{-1}$ ou $L \cdot h^{-1} \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1}$).

Colles : dans un module une partie des connexions est en général fixée en usine au moyen de collages. Comme les joints, les colles peuvent être en contact avec le fluide à traiter ou traité. Une étanchéité imparfaite des colles entre les compartiments "alimentation" et "perméat" est un facteur limitant, notamment lorsque l'on recherche une rétention des contaminants microbiologiques.

Colmatage : accumulation de matière à la surface de (et/ou dans la) membrane qui limite le passage de l'eau, diminue la productivité, modifie la sélectivité et contribue à l'encrassement.

Colmatage d'origine biologique : colmatage de la membrane attribuable au dépôt et au développement de micro-organismes et/ou de sécrétions (de types polysaccharides, acides

aminés, protéines, etc.) issus de la colonisation de la membrane par des micro-organismes (bactéries par ex.). A ce phénomène est associé la formation d'un biofilm sur la membrane et dans le module. Le terme anglais est "biofouling".

Composition : pour les composés organiques et minéraux, la composition est donnée dans la formulation (pourcentage massique). Pour les composés métalliques, la composition correspond à la teneur en différents éléments métalliques entrant dans l'alliage.

Concentrat (Rétentat) : en filtration tangentielle, fraction de l'eau qui n'a pas traversé la membrane et qui s'est enrichie de toute la matière retenue par celle-ci.

Conditionnement : opération consistant à placer une membrane au contact d'une solution de conservation. Il s'agit par exemple d'une solution d'hydrogénosulfite de sodium à 1%, afin que les propriétés de cette membrane puissent être conservées le temps du stockage, du transport, d'arrêts techniques, d'opérations de maintenance, etc.

Connections : pièces qui permettant de raccorder les modules ou les membranes au reste des éléments nécessaires à leur fonctionnement (conduites d'alimentation, de recirculation, élimination de perméat, purges, capteurs de pression, températures, etc.).

Dalton (Da) : unité de masse représentant $1/12^{\circ}$ de la masse d'un atome de carbone 12. Elle est employée comme unité de mesure pour exprimer le seuil de coupure d'une membrane poreuse.

Déconditionnement : opération consistant à éliminer par rinçage à l'eau les produits de conditionnement d'une membrane, par exemple lors de la mise en route d'une installation ou d'un redémarrage après arrêt.

Défaut d'intégrité : présence d'une fuite dans le module de filtration membranaire ou d'une brèche dans la membrane elle-même, pouvant induire une contamination du filtrat.

Eau d'essai : eau mise en contact avec les échantillons lors des essais de migration. Sa pureté est définie dans la norme NF EN 12873-4.

Eau témoin : eau d'essai après mise en contact avec le banc d'essai sans échantillon pour essai, dans les mêmes conditions que celles utilisées pour le test de relargage (norme NF EN 12873-4).

Empotage : dans les modules à fibres creuses, il s'agit d'un bouchon de résine situé aux extrémités d'un module qui enserre l'extrémité des fibres et assure l'étanchéité entre les compartiments "alimentation" et "perméat" du module. Les fibres creuses le traversent donc de part en part.

Espaceur : voir Séparateur.

Essai de migration (test de relargage) : détermination des effets induits sur la qualité de l'eau, après un contact avec l'échantillon pour essai dans des conditions spécifiées (norme NF EN 12873-4).

Faisceau : Ensemble de fibres creuses réunies par un empotage. Un module peut comprendre un ou plusieurs faisceaux.

Famille d'accessoires : comprend les accessoires d'une gamme commerciale, ayant tous la même fonction et bénéficiant de l'ACS obtenue pour l'accessoire représentatif. Pour ce faire, chaque accessoire de la famille, pris individuellement, doit présenter des conditions d'obtention de l'ACS au moins équivalentes à celles requises pour l'accessoire représentatif.

Filtrat (Perméat) : eau produite par le système de filtration membranaire après passage à travers la membrane.

Filtration frontale : mode de filtration pour lequel tout le liquide à filtrer passe à travers le filtre. Dans le domaine de la production d'eau, le mode de fonctionnement frontal qualifie souvent les installations dans lesquelles le rétentat ne recircule pas. Dans ce cas, une purge, en général séquentielle, est nécessaire, afin d'éliminer ce rétentat.

Filtration tangentielle : mode de filtration où le rétentat circule tangentiellement à la surface de la membrane afin de maintenir les contaminants en suspension et de limiter l'encrassement de la membrane. Une partie du liquide retenu ne traverse pas la membrane : c'est le concentrat.

Flux : débit de filtrat rapporté au mètre carré de membrane filtrante ($\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ ou $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$).

Formulation : dans le cas d'un matériau organique ou minéral, la formulation comprend l'ensemble des substances chimiques, y compris les préparations commerciales, entrant dans la composition (qualitative et quantitative) initiale du matériau et celles utilisées au cours du procédé de fabrication jusqu'à obtention du produit fini. Elle correspond à la composition et à la constitution de la substance.

Inhibiteur de précipitation (Anti-dépôt) : produit chimique ajouté dans l'eau ou procédé mis en œuvre pour inhiber la précipitation ou la cristallisation de sels en vue de limiter le colmatage.

Joints : de nombreuses connexions qui doivent être facilement démontables pour des besoins de service, notamment celles concernant des fluides sous pression, nécessitent l'usage de joints, généralement en caoutchouc, silicones ou dérivés qui doivent disposer d'une ACS. Leur surface de contact réelle avec les fluides est très réduite, mais leur importance dans le rendement et dans la garantie d'étanchéité des circuits est déterminante. Une étanchéité imparfaite entre les compartiments "alimentation" et "perméat" est un facteur limitant lorsque l'on recherche une rétention des contaminants biologiques.

Listes positives de référence : ce sont les listes des substances chimiques pouvant être utilisées pour la fabrication d'un matériau ou d'un objet entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine. Les substances ne figurant pas sur une de ces listes ne peuvent pas être utilisées.

Manchons : il s'agit en général, dans le cas des modules à fibres creuses, de grilles souples ou de filets en polymère qui enrobent les faisceaux de fibres creuses et facilitent leur montage en usine. Ils permettent de maintenir les faisceaux de fibres en place et de limiter leurs vibrations durant le fonctionnement.

Matériau : composant d'un produit fini, constitué d'une pièce élémentaire, n'ayant pas pour fonction de traiter l'eau. Il est caractérisé soit par son appellation commerciale et sa désignation normative dans le cas des matériaux métalliques et minéraux, soit par son appellation commerciale et sa formulation pour les matériaux organiques (polymères organiques, élastomères à base de caoutchouc ou de silicones, etc.).

Membrane : élément constitutif de base du module de filtration membranaire. Les membranes sont des barrières séparatrices fabriquées à partir de substances organiques ou inorganiques et, dans le cas du traitement de l'eau, beaucoup plus rarement métalliques.

Membrane asymétrique : membrane composée schématiquement d'au moins 2 couches différentes ou identiques (voir membrane composite), dont une couche sert de support mécanique et l'autre de couche filtrante qui assure la sélectivité.

Membrane composite : membrane renforcée par des matériaux de natures différentes correspondant, entre autres, aux membranes multicouches ou renforcées par des fibres.

Membrane symétrique : membrane dont la structure poreuse est identique à travers toute sa section.

Microfiltration : filtration membranaire constituée de membranes possédant une taille de pores moyenne comprise entre 0,1 μm et 10 μm environ et alimentées sous pression.

Migration : processus de transfert de substances de l'élément à tester dans l'eau d'essai.

Module de filtration membranaire : ensemble constitué des membranes, d'un carter, des embouts de connection, des joints et autres qui est l'élément de base pour constituer une installation pilote ou industrielle. Selon que les membranes mises en œuvre sont des fibres creuses, des tubes, des feuilles planes ou enroulées en spirales, les modules seront qualifiés de modules fibres creuses, tubulaires, plans ou spirales.

Nanofiltration : opération de filtration membranaire utilisant des membranes possédant des tailles moyennes apparentes de pores comprises entre 0,5 nm et 2 nm environ.

Nettoyage chimique : opération consistant en l'application d'un ou de plusieurs produits chimiques suivant un protocole défini pour éliminer les éléments colmatants afin de restaurer la perméabilité de la membrane.

Osmose : diffusion de liquide à travers une membrane semi-perméable. Le flux est orienté de la solution la plus diluée vers la solution la plus concentrée.

Osmose inverse : opération mettant en œuvre des membranes non poreuses, sous l'effet d'une différence de pression. L'eau et les éléments les plus petits traversent la membrane par diffusion, dans le sens opposé à celui de l'osmose.

Perméabilité : aptitude d'une membrane à laisser passer ou diffuser une substance (voir Coefficient de perméabilité hydraulique).

Perméat : voir Filtrat.

Point de bulle : la membrane étant en contact d'un côté avec de l'air et de l'autre avec de l'eau, le point de bulle est la plus petite différence de pression d'air à travers une membrane nécessaire pour libérer une bulle par dépassement de la pression capillaire. Il s'agit d'une caractéristique d'une membrane poreuse qui permet de vérifier, par exemple, l'intégrité d'un module ou d'un faisceau de fibres creuses.

Pression différentielle : en filtration tangentielle, différence entre la pression de l'eau d'alimentation du système de filtration membranaire et celle du concentrat. Elle est également appelée perte de charge (Unité : Pascal ou bar).

Pression transmembranaire : différence de pression de part et d'autre de la membrane (Unité : Pascal ou bar).

Pression osmotique : lorsqu'une membrane semi-perméable sépare de l'eau pure d'une solution donnée, la pression osmotique de cette solution est la sur-pression qu'il faudrait appliquer à la solution pour stopper le flux d'osmose (Unité : Pascal ou bar).

Pré-traitement : tout traitement appliqué sur l'eau alimentant le système de filtration membranaire nécessaire à son bon fonctionnement.

Produit fini : objet destiné à être intégré dans une installation de production, de traitement ou de distribution d'eau destinée à la consommation humaine, dans son état de livraison, sans qu'il soit nécessaire de lui adjoindre une autre pièce. Un produit fini peut être constitué d'un ou de plusieurs composants, pouvant eux-mêmes être constitués d'une ou de plusieurs pièces.

Résistance hydraulique : inverse du coefficient de perméabilité hydraulique (exprimée en Pa.s.m^{-1}).

Rétentat : voir Concentrat.

Rétrolavage : opération de lavage d'une membrane à contre-courant de la filtration, employée pour évacuer les particules accumulées à la surface de la membrane.

Rubans adhésifs : des rubans adhésifs sont employés dans certains assemblages de modules. Comme pour les manchons, ceux-ci ont pour but de maintenir en place les fibres, en particulier les fibres creuses, lors de leur montage et de limiter leurs vibrations en cours de fonctionnement.

Séparateur : élément (souvent en matière plastique) qui sépare les membranes d'un module spiralé ou plan et aménage un canal pour la circulation des liquides.

Seuil de coupure (point de coupure) : pour des membranes d'ultrafiltration et de nanofiltration essentiellement, c'est la masse molaire des traceurs dont le taux de rétention est de 90% (dans certaines références, 95%). Cette valeur est indicative. Elle permet de comparer entre elles des membranes d'un même fabricant. Malgré des efforts de normalisation, elle n'est pas aujourd'hui une caractéristique intrinsèque des membranes ou des modules, car elle dépend des conditions de mise en œuvre de cette dernière et des traceurs utilisés. Le seuil de coupure est exprimé en Dalton.

Sous-ensemble d'accessoire : constitué d'au moins deux composants, il est destiné à être assemblé dans un accessoire.

Support de membrane : couche poreuse dont le matériau peut ne pas être le même que celui de la membrane (celle-ci est alors dite composite) et dont la fonction est d'assurer la résistance mécanique de la membrane lors de sa mise en œuvre. Le support est environ 100 fois plus épais que la membrane (peau) pour les membranes en polymères et plusieurs centaines de fois plus épais pour les membranes inorganiques. Dans certaines technologies (rares), le support peut-être dissocié de la peau sélective.

Taille de pore : caractéristique d'une membrane de microfiltration. Il peut s'agir d'une taille moyenne de pores déterminée, par exemple, par analyse d'images de la surface de la membrane obtenues par microscopie électronique, ou bien d'une taille maximum de pores déterminée après avoir éprouvé la rétention par la membrane de particules de dimensions connues, par exemple des bactéries. Exemple : une membrane donnée pour 0,22 micron, ne laisse pas passer de bactéries dont la taille est égale ou supérieure à 0,22 micron.

Taux de conversion : rapport entre le débit de perméat et le débit d'alimentation.

Taux de Rétention : fraction de matière retenue, par rapport à celle qui pourrait passer dans le perméat, si la membrane n'offrait aucune sélectivité. Il se calcule par la formule $R(\%)=100 \times (1 - C_{\text{perméat}}/C_{\text{rétentat}})$. Par définition de l'abattement $R(\%)=100 \times (1 - \exp(-LRV))$.

Témoin de performance (traceur) : organisme cible ou élément figuré utilisé pour déterminer l'efficacité ou l'intégrité d'un système.

Test d'intégrité : test physique appliqué sur un système de filtration membranaire dans le but de détecter et/ou de localiser des défauts de la membrane ou du module qui affecteraient la rétention.

Traceur : voir Témoin de performance.

Tube collecteur : le tube collecteur est, dans un module spiralé, ou dans certains modules à fibres creuses, disposé en général sur l'axe du module cylindrique. Il est généralement constitué de polymères anioniques et destiné à collecter le perméat et à l'évacuer vers l'extérieur.

Ultrafiltration : opération de filtration membranaire alimentée sous pression, constituée de membranes possédant une taille moyenne de pores comprise entre 2 nm et 100 nm. Les seuils de coupure correspondants varient entre 2000 et 500 000 Da.

L'eau destinée à la consommation humaine est un aliment vital. Elle peut être consommée par toutes les classes de population, des nourrissons aux personnes âgées. A ce titre, elle doit être distribuée en continu en quantité suffisante et respecter des limites et exigences de qualité. Elle fait l'objet de traitements spécifiques de potabilisation qui évoluent au fil des innovations.

Si, en matière de traitement, les innovations permettent de répondre à des problèmes sanitaires et/ou techniques, il est nécessaire, avant leur mise en application, de s'assurer d'une part qu'elles sont efficaces et, d'autre part, qu'ils n'engendrent pas d'altération de la qualité chimique et/ou microbiologique de l'eau.

L'Organisation mondiale de la santé (OMS) fixe des *"directives de qualité pour l'eau de boisson"* et identifie les valeurs de concentration compatibles avec la consommation de l'eau pour de nombreux paramètres chimiques et microbiologiques. Dans cet esprit et dès 1992, l'OMS indique que *"le principe des barrières multiples dans le traitement de l'eau suppose que l'élimination des pathogènes et des substances polluantes et biodégradables soit aussi complète que possible avant la désinfection finale"* et que *"quel que soit le procédé de désinfection utilisé, l'eau doit être purifiée auparavant, [...]". Il est donc capital que le traitement précédant la désinfection finale produise une eau dont la turbidité médiane n'excède pas 1 NTU et qu'aucun échantillon ne dépasse 5 NTU"*.

Depuis les années 1990, les technologies de traitement de l'eau destinée à la consommation humaine par filtration sur membrane se sont développées et permettent d'atteindre les valeurs guide recommandées par l'OMS pour la majorité des paramètres.

Les premières installations ont été autorisées dès 1992. Les autorisations sont actuellement délivrées par le ministère chargé de la santé, sur la base de la circulaire du 16 mars 1995¹ qui comporte d'une part une vérification de la formulation chimique des matériaux et des essais de migration et, d'autre part, des éléments permettant de s'assurer de l'efficacité de ces traitements, basée sur des essais réalisés sur les premiers sites d'installation.

Ces dispositifs ont jusqu'alors été considérés comme des procédés innovants. A ce titre, les dossiers de demande d'autorisation correspondants étaient systématiquement soumis à l'expertise de l'Afssa.

La large expérience acquise à ce sujet permet aujourd'hui de ne plus considérer systématiquement ces traitements comme des innovations.

L'objectif de ce rapport est de présenter, en tenant compte du cadre européen actuel, de nouvelles lignes directrices spécifiques pour l'évaluation des traitements de filtration membranaire et des dispositions permettant de faciliter leur mise sur le marché tout en maintenant un égal niveau de sécurité sanitaire. Ces lignes directrices apportent un éclairage scientifique et technique utile à la fois pour les professionnels, les administrations en charge de la gestion du suivi de ces dispositifs et les laboratoires habilités impliqués actuellement

¹ Circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 relative à l'agrément des modules de filtration sur membrane et à l'approbation de procédés les mettant en œuvre pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine.

dans l'évaluation de l'innocuité des modules. Ainsi l'avis de l'Afssa ne devra être requis que pour des dossiers présentant une spécificité ou une complexité particulière.

1. Historique et réglementation

1.1 Contexte sanitaire

Au cours des dernières années, des difficultés liées au traitement et à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine ont conduit les traiteurs d'eau à avoir recours aux traitements membranaires, en particulier pour les eaux souterraines influencées par des eaux de surface.

En effet, il est apparu que les désinfectants classiques tels que le chlore, le dioxyde de chlore et l'ozone n'ont qu'une efficacité très limitée sur différents micro-organismes pathogènes, notamment sur les protozoaires et, dans une moindre mesure, sur les virus. Par ailleurs, l'efficacité de la désinfection par utilisation de lampes à rayonnements ultra-violet des eaux d'origine karstique dépend de la qualité de l'eau, notamment des fortes variations de turbidité².

Pour ces raisons et pour garantir la qualité de l'eau traitée, la fiabilité de l'étape de clarification est un paramètre très important. Par ailleurs, et au-delà de la détermination de la turbidité, le comptage particulaire permet de mettre en évidence la présence de particules de l'ordre d'un micromètre (10^2 à 10^4 par mL) dans les réseaux alimentés par des filières classiques de traitement d'eau de surface. La turbidité de l'eau traitée qui, par le passé, était considérée uniquement comme un paramètre esthétique est en réalité un paramètre à connotation microbiologique pour lequel des références et limites de qualité sont fixées par le code de la santé publique (CSP).

Lorsqu'une eau souterraine est influencée par une eau de surface, elle présente un risque de présence de parasites car le sol ne joue plus pleinement son rôle de filtre. Ce type de ressource doit alors être considéré comme une eau de surface nécessitant un traitement de clarification. La principale difficulté de traitement de ces eaux réside dans les variations très brusques de leur qualité, en particulier en ce qui concerne leur turbidité. Les traitements classiques de coagulation sur filtre utilisés jusqu'alors pour de telles eaux ne se sont pas révélés totalement fiables, surtout durant les périodes où leur qualité varie très rapidement. Seuls les traitements par filtration membranaires (microfiltration et ultrafiltration) permettent alors d'obtenir en permanence une turbidité de l'eau filtrée toujours conforme à la référence de qualité de 0,5 NFU fixée par le CSP.

En outre, le suivi de la qualité microbiologique de l'eau dans les réseaux de distribution a mis en évidence des contaminations microbiologiques. Il s'avère alors que la garantie d'une bonne désinfection, avant la mise en distribution, ne peut être obtenue que par des traitements multi-barrières, à savoir une combinaison d'opérations de rétention préalable et de transformation (traitement par effet biocide) pratiquées uniquement sur des eaux préalablement clarifiées.

Enfin, au niveau de la clarification physico-chimique des eaux et de la filtration rapide, l'approche HACCP³ (Hazard analysis and control of critical points : identification des

² Circulaire DGS/PGE/1.D. n°52 du 19 janvier 1987 relative à la désinfection des eaux destinées à la consommation humaine par les rayons ultra-violet.

³ Norme ISO 22000 de septembre 2005.

dangers et maîtrise des points critiques pour la qualité de l'eau) a mis en évidence qu'une des étapes critique vis-à-vis de la qualité microbiologique était la remise en marche des filtres après l'étape de lavage à contre-courant.

Dans ce contexte, la technologie de traitement de l'eau basée sur la filtration membranaire a pris son essor au début des années 1990 et ne cesse depuis de se développer.

L'utilisation des membranes peut avoir deux effets :

- 1- la rétention des particules et/ou des colloïdes dispersés dans l'eau grâce à un effet tamis qui peut être modulé par des effets de charge électrique portée par les matériaux membranaires et les espèces considérées. Les traitements membranaires par microfiltration et ultrafiltration entrent dans cette catégorie. Ces traitements présentent également un intérêt d'ordre pratique car ils ne demandent pas d'adaptation à la qualité de l'eau, ce qui n'exclut pas, pour les eaux de surface, un traitement préalable de clarification physico-chimique ;
- 2- la sélectivité vis-à-vis des composés dissous grâce à un mécanisme de solubilisation et de diffusion plus ou moins sélectif à travers la membrane. Cet effet correspond aux traitements membranaires par nanofiltration ou osmose inverse. Ainsi, le traitement par nanofiltration est utilisé pour l'adoucissement des eaux et le traitement par osmose inverse pour le dessalement des eaux saumâtres ou d'eau de mer. Ces traitements agissent sur l'équilibre calco-carbonique et les eaux doivent être ramenés à un TH et à un TAC d'au moins 8°F⁴ et à un pH permettant d'être légèrement incrustant et voisin de 8.

L'efficacité des traitements de filtration membranaire vis-à-vis de la rétention des molécules de haut poids moléculaire, notamment les acides humiques, suscite également un grand intérêt eu égard l'implication de ces derniers dans les réactions secondaires :

- avec le chlore (sous-produits de chloration),
- avec l'ozone, une des origines du carbone organique dissous biodégradable (CODB) favorisant le développement de proliférations bactériennes dans le réseau de distribution.

Enfin, des études réalisées sur des eaux contaminées ont également démontré l'efficacité des traitements vis-à-vis des triazines et de leurs métabolites.

1.2 Historique de l'évaluation des dossiers sur les modules de filtration membranaire et les procédés les mettant en œuvre

Les premières évaluations au cas par cas ont été réalisées par la section des eaux du Conseil supérieur d'hygiène publique de France (CSHPPF) au début des années 1990. Puis, sur la base des travaux réalisés par cette dernière, le ministère chargé de la santé a publié le 16 mars 1995 une circulaire relative à l'agrément des modules de filtration sur membrane et à l'approbation de procédés les mettant en œuvre pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine, proposant une évaluation en deux étapes :

⁴ 8°F = 80 mg/L exprimé en CaCO₃ ou 1,6 méq/L.

- 1- une évaluation de l'innocuité des modules comportant une étude des molécules constitutives des matériaux du module et des essais de migration avec des analyses de l'eau circulant dans ces modules ;
- 2- une évaluation de l'efficacité du traitement reposant, dans un premier temps, sur des essais sur un pilote et, dans un second temps, sur des essais sur un site réel.

L'examen de ces dossiers a été confié à l'Afssa dès sa création et la procédure d'évaluation repose toujours sur la circulaire du 16 mars 1995.

1.3 Réglementation

Le décret n° 2007-49 du 11 janvier 2007 relatif à la sécurité sanitaire des eaux destinées à la consommation humaine a modifié les dispositions du CSP et notamment celles portant sur les conditions d'utilisation :

- des matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine,
- des produits et procédés de traitement des eaux.

Pour mémoire, avant cette modification du CSP, l'article R*.1321-48 stipulait que l'utilisation de matériaux dans les systèmes de production ou de distribution d'eau ainsi que celle des produits et procédés de traitement était soumise à autorisation du ministre chargé de la santé, donnée après avis de l'Afssa.

Le décret du 11 janvier 2007 :

- simplifie le dispositif réglementaire relatif à la mise sur le marché des matériaux entrant au contact de l'eau d'une part et des produits et procédés de traitement d'eau d'autre part ;
- supprime le système d'autorisation ministérielle ;
- fixe désormais des obligations :
 - o aux responsables de la mise sur le marché de matériaux ou de produits et procédés de traitement, pour un usage en lien avec l'eau destinée à la consommation humaine ⁵ ;
 - o aux responsables de la production et de la distribution d'eau, utilisant des matériaux entrant au contact de l'eau ou des produits et procédés de traitement d'eau ⁶.

1.3.1 Conditions de mise sur le marché et d'utilisation de matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine

Certains matériaux et objets utilisés pour le traitement et l'acheminement de l'eau, lorsqu'ils entrent au contact d'eau destinée à la consommation humaine, peuvent être à l'origine de dégradations d'ordre organoleptique, physico-chimique ou microbiologique de la qualité de l'eau. Ils peuvent engendrer de ce fait un dépassement des limites et références de qualité réglementaires, voire des risques sanitaires pour les consommateurs. Leur mise sur le marché et leur usage sont donc soumis à des dispositions réglementaires.

⁵ Articles R.1321-48 pour les matériaux et R.1321-50 pour les produits et procédés de traitement, pris en application de l'article L.214-1 du code de la consommation.

⁶ Articles R.1321-49 pour les matériaux et R.1321-51 pour les produits et procédés de traitement, pris en application de l'article L.1321-4 du code de la santé publique.

1.3.1.1 Mise sur le marché de matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine

Conformément aux dispositions du code de la consommation, il appartient à tout responsable de la mise sur le marché de produits de s'assurer que ceux-ci sont propres à l'usage qui en sera fait, qu'ils respectent les prescriptions en vigueur et ne sont pas susceptibles de constituer un danger pour la santé des consommateurs. Ainsi, les articles L.121-1 et 212-1 du code de la consommation stipulent que :

- « est interdite toute publicité comportant, sous quelque forme que ce soit, des allégations, indications ou présentations fausses ou de nature à induire en erreur⁷ [...] » ;
- « dès la première mise sur le marché, les produits doivent répondre aux prescriptions en vigueur relatives à la sécurité et à la santé des personnes, à la loyauté des transactions commerciales et à la protection des consommateurs. Le responsable de la première mise sur le marché d'un produit est donc tenu de vérifier que celui-ci est conforme aux prescriptions en vigueur⁸ [...] ».

Conformément aux dispositions de l'article R.1321-48 du CSP, « les matériaux et objets mis sur le marché et destinés aux installations de production, de distribution et de conditionnement qui entrent en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine doivent être conformes à des dispositions spécifiques définies par arrêté du ministre chargé de la santé, visant à ce qu'ils ne soient pas susceptibles, dans les conditions normales ou prévisibles de leur emploi, de présenter un danger pour la santé humaine ou d'entraîner une altération de la composition de l'eau définie par référence à des valeurs fixées [...] ».

Ainsi, tout responsable de la mise sur le marché d'un matériau ou d'un objet destiné à entrer au contact d'eau destinée à la consommation humaine doit :

- proposer des matériaux et objets respectant les dispositions spécifiques fixées réglementairement pour le groupe de matériaux et objets auquel il appartient ;
- s'assurer, préalablement à la mise sur le marché, du respect des dispositions spécifiques le concernant ;
- tenir à disposition de l'administration et de ses clients les preuves de l'innocuité sanitaire du matériau ou objet, attestant le respect des dispositions spécifiques.

Cette vérification est réalisée par un laboratoire spécifiquement habilité par le ministère chargé de la santé selon les modalités décrites dans l'arrêté du 18 août 2009⁹. La liste de ces laboratoires est évolutive et disponible sur le site internet du ministère chargé de la santé¹⁰.

1.3.1.2 Utilisation de matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine

L'article R.1321-49 du CSP stipule que : « la personne responsable de la production, de la distribution ou du conditionnement d'eau utilise, dans des installations nouvelles ou parties d'installations faisant l'objet d'une rénovation, depuis le point de prélèvement dans la ressource jusqu'aux points de conformité définis à l'article R.1321-5, des matériaux et objets

⁷ Article L.121-1 du code de la consommation.

⁸ Article L.212-1 du code de la consommation.

⁹ Arrêté du 18 août 2009 relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R*.1321-52 du code de la santé publique.

¹⁰ Liste des laboratoires habilités disponible sur le site internet du ministère de la santé : http://www.sante-sports.gouv.fr/IMG/pdf/liste_labos.pdf .

entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine conformes aux dispositions de l'article R.1321-48 ».

Les dispositions du CSP s'appliquent donc :

- aux fabricants mettant sur le marché des matériaux ou objets destinés à entrer au contact d'eau destinée à la consommation humaine ainsi qu'aux opérateurs (revendeurs, assembleurs, etc.) ;
- aux personnes responsables de la production, de la distribution et du conditionnement d'eau.

1.3.1.3 Dispositions spécifiques relatives aux groupes de matériaux et objets

À ce jour, on distingue plusieurs groupes de matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine, en fonction de la nature de leur matière constitutive (métallique, minérale, organique ou à base de liants hydrauliques).

Dans l'attente des arrêtés d'application de l'article R.1321-48 du CSP, les dispositions spécifiques à respecter sont fixées dans des arrêtés et circulaires mentionnés dans le tableau I.

L'attestation du respect des dispositions spécifiques fixées par l'arrêté du 29 mai 1997 modifié et par ses circulaires d'application est à la charge du responsable de la mise sur le marché du matériau ou de l'objet, quelle que soit la matière constitutive. La nature des preuves du respect des dispositions réglementaires à fournir pour les différents types de matériaux est également précisée dans le tableau I .

Tableau I : dispositions spécifiques applicables aux différents groupes de matériaux et objets entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine.

Groupes de matériaux et objets constitués de :	Exemples	Dispositions spécifiques	Preuves du respect des dispositions réglementaires
Matière métallique	revêtements, alliages, brasures	Arrêté du 29 mai 1997 modifié ¹¹ Annexe 1	Certificat de matière
Matière minérale	émaux, céramiques et verres	Arrêté du 29 mai 1997 modifié Annexe 2	
Liants hydrauliques	bétons, mortiers		
Matières organiques incluant les matériaux et objets "monomatières", multicouches ou composites	plastiques, élastomères, etc.	Arrêté du 29 mai 1997 modifié Annexe 3 et Circulaires ministérielles d'application du 12 avril 1999 ¹² , du 27 avril 2000 ¹⁰ du 21 août 2006 ¹³	ACS ¹⁴ délivrée par l'un des laboratoires habilités ¹⁵ par le ministère chargé de la santé ou CLP ¹⁶ délivrée par l'un des laboratoires habilités par le ministère chargé de la santé pour les joints de diamètre inférieur à 63 mm, les colles, graisses et lubrifiants.
Plusieurs composants dits également "produits assemblés" ou "accessoires"	Vannes, raccords, etc.	Arrêté du 29 mai 1997 modifié Annexes 1, 2 et 3 et Circulaire ministérielle d'application du 25 novembre 2002 ¹⁷	ACS délivrée par l'un des laboratoires habilités par le ministère chargé de la santé (pour les accessoires comprenant au moins 1 composant organique au contact de l'eau)

La mise sur le marché des produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine d'une part et leur utilisation dans des installations fixes de production et de distribution d'eau, d'autre part, sont soumises à des dispositions réglementaires.

¹¹ Arrêté du 29 mai 1997 relatif aux matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine modifié par les arrêtés du 24 juin 1998, 13 janvier 2000, 22 août 2002 et 16 septembre 2004 (publiés respectivement aux Journaux Officiels des 1^{er} juin 1997, 25 août 1998, 21 janvier 2000, 3 septembre 2002 et du 23 octobre 2004).

¹² Circulaires ministérielles n°99/217 du 12 avril 1999 et n°2000/232 du 27 avril 2000 relatives aux matériaux utilisés dans les installations fixes de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (respectivement publiées au Bulletin Officiel du ministère chargé de la santé n° 99/25 et 2000/18).

¹³ Circulaire DGS/SD7A/2006/370 du 21 août 2006 relative aux preuves de conformité sanitaire des matériaux et produits finis organiques renforcés par des fibres, entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine, à l'exclusion d'eau minérale naturelle.

¹⁴ ACS : Attestation de Conformité Sanitaire. Les conditions de délivrance des ACS, pour les matériaux et objets à base de matière organique, sont précisées dans les circulaires du 12 avril 1999, du 27 avril 2000 et du 21 août 2006 précitées (Validité : 5 ans, mais peut être portée à 10 ans pour les tubes en polyéthylène extrudé).

¹⁵ Liste des laboratoires habilités disponible sur le site internet du ministère de la santé :

http://www.sante.gouv.fr/htm/dossiers/eaux_alimentation/materiaux/liste_lab0.pdf

¹⁶ CLP : preuve de conformité aux listes positives de référence (Validité : 5 ans).

¹⁷ Circulaire ministérielle n°2002/571 du 25 novembre 2002 relative aux modalités de vérification de la conformité sanitaire des accessoires et des sous-ensembles d'accessoires, constitués d'au moins un composant organique entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine.

1.3.2 Conditions de mise sur le marché et d'utilisation de produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine

1.3.2.1 Mise sur la marché de produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine

Comme pour les matériaux et objets entrant en contact d'eau destinée à la consommation humaine et conformément aux dispositions du code de la consommation¹⁸, il appartient à tout responsable de la mise sur le marché de produits de s'assurer que ceux-ci sont propres à l'usage qui en sera fait, qu'ils respectent les prescriptions en vigueur et ne sont pas susceptibles de constituer un danger pour la santé des consommateurs.

D'après les dispositions de l'article R.1321-50 du CSP, *"les produits et procédés de traitement mis sur le marché et destinés au traitement de l'eau destinée à la consommation humaine doivent, dans les conditions normales ou prévisibles de leur emploi, être conformes à des dispositions spécifiques définies par arrêté du ministre chargé de la santé visant à ce que :*

- *ils ne soient pas susceptibles, intrinsèquement ou par l'intermédiaire de leurs résidus, de présenter directement ou indirectement un danger pour la santé humaine ou d'entraîner une altération de la composition de l'eau définie par référence à des valeurs fixées par cet arrêté ;*
- *ils soient suffisamment efficaces."*

Des arrêtés, pris en application des articles R.1321-50-I et II du CSP, devront fixer les dispositions spécifiques applicables aux produits et procédés de traitement selon les groupes auxquels ils appartiennent et à leurs usages. Ces arrêtés devront également fixer les conditions d'attestation du respect de ces dispositions. Cette dernière pourra être produite, selon les groupes et les usages :

- soit par le responsable de la première mise sur le marché ;
- soit par un laboratoire habilité par le ministère chargé de la santé.

Toutefois, dans le cas où une personne morale souhaite mettre sur le marché un produit ou un procédé de traitement ne correspondant pas à un groupe ou à un usage prévu en application de l'article R.1321-50-I du CSP, cette dernière doit se conformer aux dispositions de l'article R.1321-50-IV du CSP relatif aux produits ou procédés dits "innovants", ne satisfaisant pas à l'obligation générale de conformité et pouvant nécessiter un niveau d'expertise et de sécurité sanitaire élevé.

Elle doit adresser au ministère chargé de la santé un dossier comportant les preuves de l'innocuité et de l'efficacité du produit ou du procédé. Pour être recevable, le dossier doit comprendre les informations indiquées dans l'arrêté du 4 juin 2009¹⁹. Ces preuves doivent être fournies par le responsable de la première mise sur le marché du produit ou du procédé. Sur sollicitation du ministère chargé de la santé et sur la base du dossier qui lui est adressé, l'Afssa donne un avis sur les preuves d'innocuité et d'efficacité fournies. En l'absence d'avis favorable de l'Afssa, la mise sur le marché du produit ou du procédé de traitement de l'eau est interdite.

¹⁸ Articles L.121-1 et L.212-1 du code de la consommation.

¹⁹ Arrêté du 4 juin 2009 modifiant l'arrêté du 17 août 2007 relatif à la constitution du dossier de demande de mise sur le marché d'un produit ou d'un procédé de traitement d'eau destinée à la consommation humaine, mentionné à l'article R.1321-50-IV du code de la santé publique.

Tout responsable de la mise sur le marché d'un produit ou d'un procédé de traitement d'eau destinée à la consommation humaine doit donc :

- proposer des produits ou procédés respectant les dispositions spécifiques fixées réglementairement pour le groupe de produits ou de procédés auquel il appartient ;
- s'assurer, préalablement à la mise sur le marché, du respect des dispositions spécifiques le concernant ;
- adresser à l'administration et tenir à la disposition de ses clients les preuves de l'innocuité sanitaire du produit ou du procédé, attestant le respect des dispositions spécifiques.

1.3.2.2 Utilisation de produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine

L'article R.1321-51 du CSP stipule que *"la personne responsable de la production, de la distribution ou du conditionnement d'une eau, autre que « l'eau de source », utilise des produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine, conformes aux dispositions de l'article R. 1321-50. Pour « l'eau de source », les dispositions applicables sont celles de l'article R. 1321-85"*.

Les dispositions du CSP s'appliquent :

- aux fabricants mettant sur le marché des produits ou procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine ainsi qu'aux opérateurs (revendeurs, assembleurs, etc.) ;
- aux personnes responsables de la production, de la distribution et du conditionnement d'eau.

Ces dispositions s'appliquent depuis le 11 janvier 2007, date de la publication du décret n°2007-49 relatif à la sécurité sanitaire des eaux destinées à la consommation humaine, à tous les produits et procédés utilisés ou susceptibles de l'être, pour le traitement de telles eaux:

- dans les réseaux de distribution publique, depuis le point de captage de l'eau dans le milieu naturel jusqu'aux points de branchement des abonnés (incluant les bassins de stockage) ;
- dans les réseaux à l'intérieur des bâtiments, y compris dans les réseaux d'eau chaude sanitaire.

1.3.2.3 Dispositions spécifiques et preuves de conformité relatives aux groupes de produits et procédés de traitement d'eau

À ce jour, on distingue de nombreux groupes de produits et de procédés de traitement d'eau comme ceux cités dans le tableau II. Dans l'attente de la publication des arrêtés cités à l'article R. 1321-50 du CSP, les dispositions spécifiques à respecter pour différents groupes de produits et procédés de traitement sont celles définies dans les textes suivants :

- circulaire DGS/VS4 du 7 mai 1990 relative aux produits et procédés de traitement des eaux destinées à la consommation humaine, annexes 2 et 3, concernant respectivement les règles de pureté applicables aux produits de traitement des eaux et la liste des méthodes de correction de qualité des eaux destinées à la consommation humaine dans les réseaux particuliers desservant des immeubles et des maisons d'habitation raccordés à un réseau public de distribution ;

- circulaire DGS/VS4 n° 2000-166 du 28 mars 2000 relative aux produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine, complétée ensuite par :
 - la circulaire DGS/SD7A/2004/557 du 25 novembre 2004 relative aux mesures correctives à mettre en œuvre pour réduire la dissolution du plomb dans l'eau destinée à la consommation humaine ;
 - la circulaire DGS/7A/2006/127 du 16 mars 2006 relative aux procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine, à l'exclusion d' « eau minérale naturelle » et d' « eau de source », mettant en œuvre des supports de filtration recouverts d'oxydes métalliques ;
 - le guide du Conseil supérieur d'hygiène publique de France de novembre 2001 relatif à la gestion du risque lié aux légionelles et à la circulaire du 22 avril 2002 relative à la prévention du risque lié aux légionelles dans les établissements de santé pour le traitement des eaux chaudes sanitaires dans les réseaux intérieurs d'immeubles ou d'établissements de santé.

Tableau II : exemple de groupes de produits et de procédés de traitement d'eaux tels que définis par la réglementation

<i>En usine de traitement</i>	Pré-traitements (physiques ou chimiques)
	Clarification physico-chimique
	Désinfection ou traitements bactériostatiques
	Élimination d'éléments minéraux (Fe, Mn, NO ₃ ⁻ , déminéralisation, etc.)
	Élimination de composés organiques (CODB, micropolluants organiques, etc.)
	Maîtrise de l'entartrage et de la corrosion (adoucissement, décarbonatation, reminéralisation, traitements filmogènes, etc.)
<i>En réseau intérieur aux bâtiments</i>	Rétention de particules
	Élimination d'éléments minéraux (déminéralisation)
	Élimination de composés organiques (micropolluants organiques)
	Maîtrise de l'entartrage et de la corrosion (adoucissement, traitements filmogènes, etc.)

1.3.2.4 Conditions de mise sur le marché des modules de filtration membranaire et des procédés les mettant en œuvre

La mise sur le marché des modules de filtration membranaire et des procédés les mettant en œuvre pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine relève actuellement des dispositions de l'article R.1321-50-IV du CSP et requiert au préalable :

1- pour les modules de filtration membranaire :

- de disposer de preuves de leur innocuité, via l'examen de la composition chimique des modules et la réalisation d'essais de migration par un laboratoire habilité par le ministère chargé de la santé. L'examen de la composition chimique d'un module de filtration membranaire est réalisé dans les conditions fixées par la circulaire DGS/VS4/94/N°25 du 16 mars 1995 (annexe 1) relative à l'agrément des modules de traitement de filtration sur membrane et à l'approbation de procédés les mettant en œuvre pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine. Les essais à réaliser reposent sur la norme d'essais

XP P 41-270 relative au protocole de vérification de l'inertie des matériaux constitutifs des modules de filtration placés au contact des eaux destinées à la consommation humaine et sur la norme européenne NF EN 12873-4 relative à la méthode d'essai des membranes des systèmes de traitement d'eau. Ces essais de migration sont réalisés dans les conditions d'utilisation préconisées par le fabricant du module et visent à évaluer notamment :

- les éventuelles interactions entre le module et l'eau d'une part, entre le module et les produits de conditionnement ou de traitement utilisés pour la mise en œuvre du module d'autre part ;
 - la vérification de l'adéquation des procédures de rinçage pour l'élimination de l'ensemble des solutions utilisées ;
- de soumettre ces preuves à l'avis de l'Afssa.

2- Pour les procédés mettant en œuvre ces modules de filtration membranaire :

- de disposer au préalable des preuves de l'innocuité du module de filtration membranaire,
- de disposer des preuves de l'efficacité du procédé mettant en œuvre le module de filtration membranaire dans les conditions définies dans la circulaire DGS/VS4/94/N°25 du 16 mars 1995 relative à l'agrément des modules de filtration sur membrane et à l'approbation de procédés les mettant en œuvre pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine ;
- de soumettre ces preuves à l'avis de l'Afssa.

1.4 Normes

Au niveau normatif, les documents concernant les modules de filtration membranaire sont :

- la norme XP P 41-270 relative au protocole de vérification de l'inertie des matériaux constitutifs des modules de filtration placés au contact des eaux destinées à la consommation humaine, publiée par l'Afnor en juillet 2001 ;
- la norme NF EN 12873-4 relative à la méthode d'essai des membranes des systèmes de traitement d'eau publiée en 2006.

2. Objectifs et champ d'application

2.1 Problème posé

À plusieurs reprises, les membres du CES « Eaux » de l'Afssa ont souligné la nécessité de revoir les lignes directrices pour l'évaluation des procédés de traitement membranaires fixées par la circulaire du 16 mars 1995 précédemment citée :

- les connaissances scientifiques se sont accrues notamment grâce à l'expérience acquise sur les premiers modules autorisés et aux nouvelles méthodes de mesures mises au point ces dernières années ;
- l'existence de pratiques inadéquates liées à l'utilisation des produits de nettoyage des modules de filtration et aux rejets des eaux de lavage dans le milieu naturel pose la question des modalités d'évaluation de ces produits ;
- les réglementations européenne et française ont évolué et c'est désormais au responsable de la première mise sur le marché d'apporter les preuves de l'innocuité du module de filtration membranaire et de l'efficacité revendiquée du procédé le mettant en œuvre.

2.2 Objectif

Dans ce contexte et sur proposition du CES "Eaux", l'Afssa s'est auto-saisie et un groupe de travail (GT) a été créé par décision de la directrice générale de l'agence en 2006.

L'objectif du groupe de travail était double :

- actualiser la procédure d'évaluation de ces dossiers conformément aux évolutions scientifiques et réglementaires ;
- améliorer ainsi les délais d'instruction et rationaliser le traitement des dossiers d'évaluation des modules de filtration membranaire tout en maintenant un niveau de sécurité équivalent pour les consommateurs.

Le groupe de travail a auditionné des fabricants de membranes et des utilisateurs des procédés membranaires.

Le GT a choisi de développer deux volets:

1. un volet « innocuité » pour lequel il a identifié les points de la procédure actuelle pouvant être améliorés, à savoir notamment l'examen de la conformité de la composition chimique des éléments constitutifs des modules de filtration membranaire et la modification des essais d'innocuité pratiqués actuellement afin de les rendre compatibles avec la norme NF EN 12873-4 ;
2. un volet « efficacité » permettant d'évaluer l'efficacité des modules de filtration membranaire et des procédés les mettant en œuvre à partir des pratiques revendiquées par le pétitionnaire d'une part et des modes de caractérisation et des méthodes associées d'autre part.

2.3 Définition du champ d'expertise

Le GT a étudié les procédés membranaires utilisés exclusivement dans des chaînes de traitement pour la production d'eau destinée à la consommation humaine. Les traitements à domicile qui font plutôt appel à des cartouches filtrantes dont la porosité varie de un à quelques dizaines de micromètres ont été exclus du champ de l'expertise.

2.4 Description et rôle des modules de filtration membranaire

Dans le domaine du traitement des eaux, la filtration membranaire est utilisée pour l'élimination de particules, colloïdes ou substances dissoutes minérales, organiques ou biologiques. De manière très générale, trois catégories de filtration membranaire sont définies en fonction de la taille des plus petits éléments retenus.

Si ces éléments sont :

- particulaires et insolubles, de taille supérieure ou égale à une gamme allant de quelques centaines de nanomètres à quelques microns, il s'agit de microfiltration ;
- macromoléculaires ou colloïdaux, de taille supérieure ou égale à une gamme allant de 2 à 100 nanomètres, il s'agit d'ultrafiltration ;
- moléculaires ou ionisés, dissous, d'une taille voisine du nanomètre, il s'agit de nanofiltration. Dans ce cas, la diffusion transmembranaire joue un rôle important.

Il convient de noter que les frontières entre les dénominations des différents types de filtration sont floues. Il importe donc d'éviter de conclure qu'une membrane qui est référencée "nanofiltration", par exemple, possède automatiquement telle ou telle propriété.

Généralement, on rapproche de ces techniques de filtration, une autre technique basée sur une différence de pression pour laquelle les membranes ne sont pas poreuses. Il s'agit de l'osmose inverse qui permet de retenir les substances dissoutes les plus petites. Leurs principales utilisations en traitement de l'eau concerne le dessalement de l'eau de mer et la purification des eaux, en particulier pour des applications industrielles et pour la dialyse rénale.

La mise en œuvre de ces technologies implique la fabrication des membranes, leur installation dans des modules et le montage d'un ou de plusieurs de ces derniers dans des installations dont un motif élémentaire est un bloc (ou "skid").

Ce paragraphe a pour objet de présenter les principales caractéristiques des procédés de filtration membranaire.

2.4.1 La membrane

Membranes organiques

Les membranes organiques sont fabriquées à partir de polymères. Les procédés de fabrication les plus classiques utilisent une inversion de phase à partir d'une solution du polymère dans un solvant. L'addition d'un non solvant, sous forme liquide ou vapeur, provoque le changement de phase et la présence d'agents porogènes contribue à la maîtrise de la taille et du nombre de pores créés lors de ce processus. Elles sont assez sensibles aux pH acides et parfois alcalins ainsi qu'à la température.

Membranes minérales

Les membranes minérales sont fabriquées à partir de poudres déposées par un procédé sol-gel en général sur un support poreux (céramique, carbone graphite, alumine, oxyde de titane, oxyde de zirconium ou acier fritté) puis traitées thermiquement. Elles présentent une résistance chimique, thermique et mécanique plus grande que les membranes organiques. Leur mode de fabrication n'offre cependant pas encore autant de possibilités que celui des membranes organiques, en termes de géométries et de contrôle de la porosité, mais une évolution rapide est en cours dans ce domaine.

Tableau III : exemple de matériaux constitutifs de membranes et tenue à la température et au pH

	Matériaux	Température maximale admissible en °C	Gamme de pH admissible
Organiques	Acétate de cellulose	40	3 à 8
	Polysulfone	90	2 à 12
	Polyimide	45	4 à 11
	Polyamide	60	2 à 12
	Polyacrylonitrile	60	2 à 11
	Polyvinylidifluorure	70	2 à 12
	Polypropylène	70	2 à 12
Minérales	Céramiques	250	1 à 14
	Carbone / graphite	180	0 à 14
	Acier fritté	400	4 à 14
	Alumine	400	2 à 12

2.4.2 Les blocs

Les modules sont regroupés en blocs qui intègrent des canalisations, des vannes, des pompes nécessaires à la filtration, aux nettoyages à contre-courant, aux désinfections, à la vérification de l'intégrité des membranes, etc.

2.4.3 Procédures liées au conditionnement, à la mise en œuvre, au stockage, au nettoyage et à la désinfection

Quatre grandes familles de procédures sont définies :

- conditionnement,
- conservation,
- nettoyage,
- désinfection.

2.4.3.1 La procédure de conditionnement/déconditionnement

Les modules peuvent être livrés conditionnés avec un produit spécifique qui permet de maintenir l'intégrité des propriétés des membranes et des modules pendant leur stockage, leur transport et

leur montage. Une procédure de déconditionnement/conditionnement spécifique ou de rinçage initial doit être préconisée par le responsable de la mise sur le marché du module.

2.4.3.2 La procédure de conservation

L'arrêt prolongé de l'utilisation d'un module peut nécessiter l'utilisation de produits de conservation particuliers. Si ceux-ci, ou leur protocole de mise en œuvre, sont différents de ceux utilisés pour leur conditionnement, la procédure de conservation spécifiant le(s) produit(s) à utiliser et son (leur) mode d'emploi (concentration) en cas d'arrêt prolongé du module (durée précisée par le responsable de la mise sur le marché du module) sur le site de production est également fournie ainsi que le protocole de rinçage qui doit suivre une telle phase avant la remise en service du module en question.

2.4.3.3 Les procédures de nettoyage et de désinfection

Les procédures de nettoyage et de désinfection doivent spécifier les produits chimiques préconisés et leurs conditions d'utilisation (concentration ou titre, température, durée, ordre des séquences, précautions d'emploi, conditions de mise en œuvre, temps de rinçage).

Si la mise en œuvre du module nécessite un prétraitement de l'eau, notamment dans le cas de la nanofiltration et de l'osmose inverse, celui-ci doit également être précisé dans la documentation technique associée au module. Lorsqu'il s'agit d'inhibiteurs de précipitation spécifiques de certains composants, ceux-ci doivent faire l'objet d'un agrément et leur rétention par la membrane devra être mesurée dans des conditions identiques à celles préconisées pour l'utilisation industrielle.

3 Innocuité des modules de filtration membranaire

Les fabricants de membrane ont été auditionnés à l'Afssa le 8 novembre 2006.

Lors de ces échanges, il a été souligné que l'examen de la composition chimique par un laboratoire habilité nécessite de lourdes démarches auprès de fournisseurs sous-traitants pour connaître les formulations confidentielles et la nature des substances entrant dans la composition de tous les éléments d'un module.

Par ailleurs, il est admis que toutes les parties d'un module n'entrent pas forcément en contact avec l'eau et que certaines substances non conformes vis-à-vis de la réglementation ne sont présentes qu'à de très faibles pourcentages dans la composition des éléments du module et n'ont donc qu'un très faible contact avec l'eau.

A l'instar des produits assemblés ou des produits dits "multi-couches", seule une preuve de conformité couvrant l'ensemble du module de filtration membranaire peut être considérée comme acceptable au regard des dispositions réglementaires.

Le groupe de travail propose que la vérification de l'innocuité des modules de filtration membranaire comprenne les étapes suivantes :

- examen de la conformité de la formulation des éléments constitutifs du module (membrane, empotage, carter, etc.) au regard des listes positives de référence pour la fabrication de matériaux en contact avec des eaux destinées à la consommation humaine ;
- examen de la conformité des produits utilisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection des modules au regard d'une liste de référence (conditionnement, conservation, nettoyage et désinfection) établie sur la base des données recueillies dans le cadre de la consultation des fabricants de modules de filtration ;
- évaluation d'éventuelles migrations dans l'eau, dans les conditions d'utilisation normales et préconisées par le responsable de la mise sur le marché de substances provenant du module.

3.1 Évaluation de la conformité de la formulation des éléments constitutifs du module

L'examen de la formulation chimique est la première étape de la vérification de l'innocuité du module de filtration. Le groupe de travail s'est attaché à définir les éléments constitutifs du dossier technique à fournir par le demandeur (producteur ou responsable de la mise sur le marché du module de filtration) ainsi que les règles d'examen des substances et d'acceptabilité de la formulation.

L'examen de la formulation chimique est réalisé par un laboratoire habilité par le ministère chargé de la santé.

3.1.1 Principe d'évaluation de la conformité de la formulation des éléments constitutifs du module

Procédure actuelle décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 (cf. annexe 1 du rapport) :

Le demandeur doit communiquer au laboratoire :

1°) à titre confidentiel, les différents constituants chimiques utilisés lors de la fabrication de la membrane. Doivent être mentionnées les substances ne figurant pas dans la liste positive de la brochure 1227²⁰.

Un nouveau niveau d'exigence a été introduit prenant en compte :

- la surface développée par l'élément considéré,
- le fait que l'élément considéré entre ou non en contact direct avec l'eau.

Nouvelle procédure proposée :

Le demandeur communique au laboratoire habilité de son choix les données relatives à la formulation chimique des éléments constitutifs du module de filtration et précise :

- la liste des substances entrant dans la composition de l'élément considéré (monomères et auxiliaires technologiques notamment),
- la liste des préparations commerciales utilisées dans le cas où il est le formulateur de l'élément considéré,
- la référence commerciale et les coordonnées du fournisseur dans le cas où il n'est pas le formulateur de l'élément considéré,
- la surface géométrique mouillée (en contact avec l'eau brute et/ou l'eau filtrée),
- toute autre information jugée pertinente.

Ces données doivent être renseignées pour tous les éléments du module, à savoir :

- la membrane et, le cas échéant, son support,
- le tube collecteur,
- l'empotage,
- les manchons,
- le carter,
- les connexions,
- les joints,
- les colles,
- les adhésifs,
- autres.

Lorsque le système comporte une recirculation du concentrat, tous les éléments en contact avec le concentrat devront être pris en compte dans l'étude de la formulation.

Le tableau présenté à l'**annexe 2** constitue un modèle de présentation des informations requises.

Le laboratoire habilité :

- identifie l'ensemble des substances utilisées pour la fabrication du module de filtration,

²⁰ Brochure n° 1227 intitulée « Matériaux au contact des denrées alimentaires – produits de nettoyage de ces matériaux » - Journal officiel de la République Française.

- évalue les formulations chimiques
 - par rapport aux listes positives de référence selon les critères énoncés au paragraphe 3.1.2,
 - en intégrant la notion de surface en contact avec l'eau qui conditionne le niveau de connaissance exigé de sa formulation,
- conclut sur la conformité de la composition du module.

3.1.2 Critères d'acceptabilité

L'examen de la conformité des éléments constitutifs du module de filtration est réalisé au regard des listes positives présentées au point 1.3.1.3, à savoir:

- l'annexe 1 de l'arrêté du 29 mai 1997 modifié pour les éléments constitués de matière métallique,
- l'annexe 2 de ce même arrêté pour les éléments constitués de matière minérale et pour les matériaux et objets constitués de matière organique.

Les listes positives de référence figurent dans le rapport de l'Afssa du 14 septembre 2007 sur les listes positives de substances entrant dans la composition des matériaux au contact de l'eau destinée à la consommation humaine (*cf.* www.afssa.fr).

Éléments métalliques ou minéraux

Le laboratoire vérifie que les éléments métalliques ou minéraux constitutifs de modules de filtration respectent les règles de composition fixées aux annexes I et II de l'arrêté du 29 mai 1997 modifié relatif aux matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine.

Éléments constitués de composés organiques

Le laboratoire vérifie que les substances entrant dans la composition des éléments organiques constitutifs du module de filtration figurent dans le rapport de l'Afssa du 14 septembre 2007 (saisine 2006-SA-0291) relatif aux listes positives de substances entrant dans la composition des matériaux au contact de l'eau destinée à la consommation humaine (*cf.* www.afssa.fr).

En fonction du pourcentage de la surface totale organique mouillée, le laboratoire applique les règles fixées dans le **tableau IV** pour conclure sur la conformité de la formulation des éléments du module.

Tableau IV: règles d'examen de la conformité de la formulation chimique des éléments constitués de composants organiques d'un module de filtration membranaire

	% de la surface totale organique mouillée représenté par l'élément	% massique de la formulation de départ de l'élément devant être conforme aux listes positives
Cas 1	Inférieur à 0,1%	Pas de vérification requise
Cas 2	Entre 0,1 et 1%	90% minimum
Cas 3	Supérieur à 1%	100%
	La somme des éléments pris en compte dans les cas 1 et 2 ne doit pas dépasser 5% de la surface totale organique mouillée	

Concernant les éléments dont la surface mouillée est supérieure à 1% de la surface totale organique mouillée totale (cas 3), la totalité de la composition centésimale de départ doit être conforme aux listes positives.

Concernant les éléments dont la surface mouillée est inférieure à 1% de la surface totale organique mouillée (cas 1 et cas 2), les exigences sont moindres en raison de plus faibles risques de migrations d'une part et des difficultés analytiques pour mettre en évidence les relargages par ces éléments d'autre part. L'examen des dossiers déjà traités montre que les éléments concernés par les cas 1 et 2 portent essentiellement sur les rubans adhésifs, les joints et les colles.

Les éléments pour lesquels une ACS de la liste A est en cours de validité, seront *de facto* considérés comme conformes.

3.1.3 Conclusions de l'examen de la composition chimique d'un module

Si le laboratoire conclut qu'un module remplit les critères d'acceptabilité énoncés au 3.1.2, l'examen du dossier par l'Afssa ne sera pas nécessaire. Les essais de migration pourront donc être mis en œuvre par le laboratoire habilité.

Si le module ne remplit pas les critères d'acceptabilité, il sera nécessaire :

- soit de remplacer l'élément du module sur lequel porte la non-conformité par un élément conforme,
- soit de demander l'inscription sur les listes positives de référence des substances n'y figurant pas auprès du ministère chargé de la santé.

Dans le cas particulier d'une non-conformité concernant un ruban adhésif dont la surface mouillée dépasse 1% de la surface totale mouillée, lorsqu'il pourra être démontré qu'aucune alternative conforme n'est disponible, le dossier devra être traité au cas par cas par l'Afssa.

Dans tous les cas, la conformité de la composition chimique est un prérequis à la réalisation des essais de migration.

3.2 Évaluation de la formulation chimique des produits de conditionnement, de conservation, de nettoyage et de désinfection et examen des protocoles proposés par le pétitionnaire

De l'audition des fabricants et des utilisateurs de membrane, il ressort que les produits testés lors des essais de migration ne sont pas toujours ceux utilisés sur le terrain ce qui pose la question de la représentativité de ces essais. Une enquête a été diligentée par la DGS afin d'établir la liste de toutes les substances et préparations commerciales utilisées et préconisées par les fabricants de membranes pour les usages de conditionnement, de conservation, de nettoyage et de désinfection des modules de filtration membranaire.

L'Afssa a examiné les informations recueillies et a constitué une liste de substances et produits pouvant être utilisés pour les quatre usages précités en précisant par ailleurs pour chaque substance ou produit :

- des informations relatives aux critères de pureté requis ;
- les conditions d'utilisation à respecter lors de leur emploi dans des modules de filtration membranaire pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine ,
- des informations permettant de s'assurer de l'efficacité des opérations de rinçage (méthodes d'analyses préconisées pour identifier et quantifier la présence de produit dans l'eau, etc) ;
- l'usage considéré.

Cette liste, présentée en **annexe 3**, peut être considérée par les laboratoires habilités comme une liste de référence de produits et substances autorisés pour la réalisation des essais de migration.

Procédure actuelle décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 (cf. annexe 1 du rapport): le demandeur doit communiquer au laboratoire, la nature des produits de conditionnement du module de filtration, la nature des produits de traitement du module de filtration

Nouvelle procédure proposée :

Le demandeur communique au laboratoire habilité :

- la liste des produits de conditionnement, de conservation, de nettoyage et de désinfection préconisés,
- les références commerciales et les coordonnées des fournisseurs pour les préparations commerciales,
- les recommandations d'emploi des produits (concentration, température, etc.).

Le laboratoire habilité :

- identifie l'ensemble des substances constitutives des produits préconisés,
- s'assure de leur conformité au regard :
 - de la liste de référence des substances et produits préconisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection présentée en **annexe 3** ;
 - de la circulaire DGS/VS4 n°2000-166 du 28 mars 2000²¹.

²¹ Circulaire DGS/VS4 n°2000-166 du 28 mars 2000 relative aux produits et procédés de traitement des eaux destinées à la consommation humaine.

Par ailleurs, les produits de nettoyage et de désinfection doivent:

- être conformes à la réglementation en vigueur pour les eaux destinées à la consommation humaine (arrêté du 8 septembre 1999²² et circulaire DGS/VS4/97 n°482 du 7 juillet 1987²³),
- répondre aux exigences de la directive 98/8/CE relative aux produits biocides. Les substances actives doivent être notifiées dans le règlement (CE) n°1048/2005²⁴ et être en cours d'examen.

Lorsque plusieurs produits similaires sont utilisés à des concentrations différentes, la simulation expérimentale devra être réalisée sur la solution la plus contraignante pour le module de filtration.

Conclusions de l'examen de la composition chimique des produits de conservation, de conditionnement, de nettoyage et de désinfection :

Si le laboratoire conclut que ces produits sont conformes, l'examen par l'Afssa ne sera plus nécessaire. Les essais de migration pourront alors être mis en œuvre par le laboratoire habilité.

En revanche, si un produit ou une substance n'est pas conforme :

- soit le produit ou la substance sur lequel/laquelle porte la non-conformité devra être remplacé par un produit ou une substance conforme ou par un produit ou une substance autorisés présentant des propriétés techniques équivalentes,
- soit faire l'objet d'une demande d'inscription sur la liste de référence des produits et substances autorisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection (**annexe 4**).

Dans ce dernier cas, il conviendra de déposer auprès du ministère chargé de la santé un dossier de demande d'ajout à la liste de référence, qui se prononcera après saisine de l'Afssa. L'**annexe 4** précise la nature des informations à transmettre au ministère chargé de la santé en cas de demande d'inscription d'une nouvelle substance ou produit sur la liste de référence. Le pétitionnaire devra préciser au laboratoire habilité les méthodes analytiques permettant le suivi des résiduels de ces produits de conditionnement, de nettoyage, de désinfection et de leurs produits de réaction éventuels.

Dans tous les cas, la conformité de la formulation chimique des produits de conservation, de conditionnement, de nettoyage et de désinfection, est un prérequis à la réalisation des essais de migration.

3.3 Réalisation des essais de migration

Les tests d'inertie sont mis en œuvre par le laboratoire habilité dès lors que sont établies :

²² Arrêté du 8 septembre 1999 pris pour application de l'article 11 du décret n°73-138 du 12 février 1973 modifié portant application de la loi du 1^{er} août 1905 sur les fraudes et falsifications en ce qui concerne les procédés et les produits utilisés pour le nettoyage des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées, produits et boissons pour l'alimentation de l'homme et des animaux.

²³ Circulaire DGS/VS4/97 n°482 du 7 juillet 1987 relative aux produits autorisés pour le nettoyage des réservoirs

²⁴ Règlement (CE) n° 1048/2005 de la Commission du 13 juin 2005 modifiant le règlement (CE) n° 2032/2003 concernant la seconde phase du programme de travail de dix ans visé à l'article 16, paragraphe 2, de la directive 98/8/CE du Parlement européen et du Conseil concernant la mise sur le marché des produits biocides.

- d'une part, la conformité de la formulation chimique des éléments constitutifs du module de filtration membranaire,
- d'autre part, la conformité de la composition des produits de conservation, de conditionnement, de nettoyage et de désinfection.

Ces essais doivent permettre, conformément aux protocoles de déconditionnement, de conservation, de nettoyage et de désinfection préconisés par le pétitionnaire, de vérifier l'inertie des matériaux constitutifs des modules de filtration membranaire vis-à-vis de la qualité des eaux entrant à leur contact.

Un module membranaire représentatif (tel que défini au § 3.3.4) est soumis à une série d'opérations de rinçage, de filtration, avec ou sans recyclage du perméat, et de nettoyage/désinfection dans des conditions aussi proches que possible des conditions réelles d'utilisation préconisées par le pétitionnaire.

3.3.1 Matériel

*Procédure actuelle décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 (cf. annexe 1 du rapport): Le demandeur doit mettre un banc d'essai à la disposition du laboratoire pour toute la durée des essais.
Ce pilote dans sa conception, son fonctionnement et son entretien doit être représentatif des futures installations de traitement.*

Nouvelle procédure proposée :

Le pétitionnaire :

- fournit un manuel précisant les conditions de déconditionnement/conditionnement, de stockage, d'utilisation, de nettoyage et de désinfection à l'usage de l'utilisateur afin que les conditions d'essais en laboratoire soient représentatives des conditions d'usage ;
- met un banc d'essai à la disposition du laboratoire pour toute la durée des essais.

Ce banc doit être conçu à l'aide de composants inertes (par exemple acier inoxydable) ou disposant d'attestations de conformité sanitaire (ACS) et compatibles avec les produits de nettoyage, de désinfection, etc. Il doit dans sa conception, son utilisation et son entretien pouvoir reproduire en laboratoire les mêmes conditions de fonctionnement que celles du module de filtration en conditions réelles, notamment au niveau :

- des matériaux en contact avec l'eau ;
- des flux et pressions de l'eau traversant le module ;
- des modalités de conditionnement, de stockage, de nettoyage et de désinfection.

Si les essais ne peuvent avoir lieu au laboratoire, ce dernier choisira un lieu où il pourra s'approvisionner en eau d'essai telle que décrit en 3.3.2 et maîtriser la température de l'eau tout au long de l'essai.

3.3.2 Eau d'essai

Procédure actuelle décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 (cf. annexe 1 du rapport): L'eau utilisée doit être la plus pure possible, disponible au laboratoire (eau déminéralisée ou de qualité équivalente).

Nouvelle procédure proposée :

L'eau utilisée pour les essais répond aux caractéristiques suivantes :

- être exempte de contaminants organiques susceptibles d'interférer avec l'analyse des extraits ;
- présenter une teneur en carbone organique total (COT) inférieure à 0,2 mg/L ;
- présenter un pH à 25°C compris entre 5,0 et 7,5 unités pH ;
- présenter une conductivité à 25°C inférieure à 10 µS/cm.

3.3.3 Eau de rinçage

Pour les modules nécessitant d'importants volumes d'eau de rinçage, une eau de bonne qualité (différente de l'eau d'essai) peut être utilisée sous réserve que les conditions suivantes soient remplies :

- la teneur en carbone organique total ne doit pas excéder 0,5 mg/L ;
- les balayages analytiques réalisés par CG-SM²⁵ ne doivent pas conduire à la détection de composés à une concentration supérieure à 1µg/L ;
- le rinçage doit être terminé par un volume d'eau d'essai correspondant au moins à $5 \pm 0,5\%$ du volume total nécessaire au rinçage.

3.3.4 Famille de modules et module représentatif

<i>Absence de procédure décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995</i>
--

Procédure proposée:

Il arrive souvent qu'un constructeur ayant mis au point une membrane, la conditionne dans différentes configurations afin de répondre à une gamme étendue de situations. Les configurations peuvent différer par leur taille (surface de filtration) et, dans certains cas, par la mise en œuvre d'éléments périphériques sensiblement différents tels que les matériaux constituant les connexions, les joints, les colles, le carter, etc.

Dans ce document, on appelle « famille de modules », l'ensemble des modules constitués d'une même membrane et bénéficiant de l'autorisation de mise sur le marché obtenue pour le module représentatif. Pour ce faire, chaque module de la famille, pris individuellement, ne doit pas présenter de modifications importantes par rapport au module représentatif.

Les données relatives aux différents modules pouvant potentiellement être groupés au sein d'une famille devront être communiquées au laboratoire qui jugera de la pertinence du regroupement proposé par le pétitionnaire.

Les essais de migration doivent être réalisés sur le module le plus contraignant tel que, par exemple, celui présentant la surface membranaire mouillée la plus faible et/ou la plus faible porosité.

Seules sont tolérées au sein d'une famille :

²⁵ CG-SM : chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

- une modification de l’approvisionnement en matières premières : changement de fournisseur pour une substance (même n° CAS et même pureté) ;
- une modification dans la composition des autres matériaux constitutifs du module de filtration : substitution d’un ou de plusieurs matériaux par un ou plusieurs matériaux titulaire(s) d’une ACS de la liste A en cours de validité ou substitution d’un ou de plusieurs matériaux représentant moins de 0,1% de la surface totale mouillée.

Si les modifications sortent de ce cadre, devront être réalisés soit de nouveaux essais sur un nouveau module représentatif, soit des essais réduits (cf. § 3.3.6 « gestion des variantes »).

L’échantillon représentatif de la famille sur lequel sont réalisés les essais d’inertie (module représentatif) est soit :

- un module tel que celui mis sur le marché et, dans ce cas, l’échantillon est prélevé au hasard dans un lot ;
- une réduction du module, le module réduit devant alors respecter les critères suivants :
 - constitution identique à celle du module réel,
 - conditions de fabrication et de conditionnement identiques à celles du module réel.

Les essais sont réalisés à l’aide de la solution de conditionnement la plus contraignante et pour une gamme de produits identiques avec la solution de nettoyage la plus agressive.

3.3.5 Protocole d’essai réalisé sur le module représentatif

Procédure actuelle décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 (cf. annexe 1 du rapport) :

- 1) Blanc banc d’essai avec une analyse complète conformément à l’annexe 1 du décret 89/3²⁶
- 2) Préparation initiale du module avec mesure des paramètres suivants : COT, pH, conductivité, produit de conditionnement ou ses paramètres caractéristiques
- 3) Prélèvement du perméat après les opérations de rinçage avec une analyse complète de type 89/3
- 4) Recirculation pendant 24 heures avec une analyse complète conformément à l’annexe 1 du décret 89/3²⁶
- 5) Nettoyage et désinfection avec mesure des paramètres suivants : COT, pH, conductivité, produits de nettoyage/désinfection
- 6) Prélèvement du perméat après les opérations de rinçage avec une analyse complète de type 89/3²⁶
- 7) Recirculation pendant 24 heures avec une analyse complète conformément à l’annexe 1 du décret 89/3²⁶

Nouvelle procédure proposée :

Déroulement et prélèvements : l’essai est réalisé en une seule fois sur un seul module selon la norme NF EN 12873-4. Il comporte 7 étapes successives (0, A à F) présentées dans le schéma 1 (cf page 38).

Lors de l’essai, les prélèvements sont réalisés :

²⁶ Décret 89/3 modifié relatif aux eaux destinées à la consommation humaine à l’exclusion des eaux minérales naturelles.

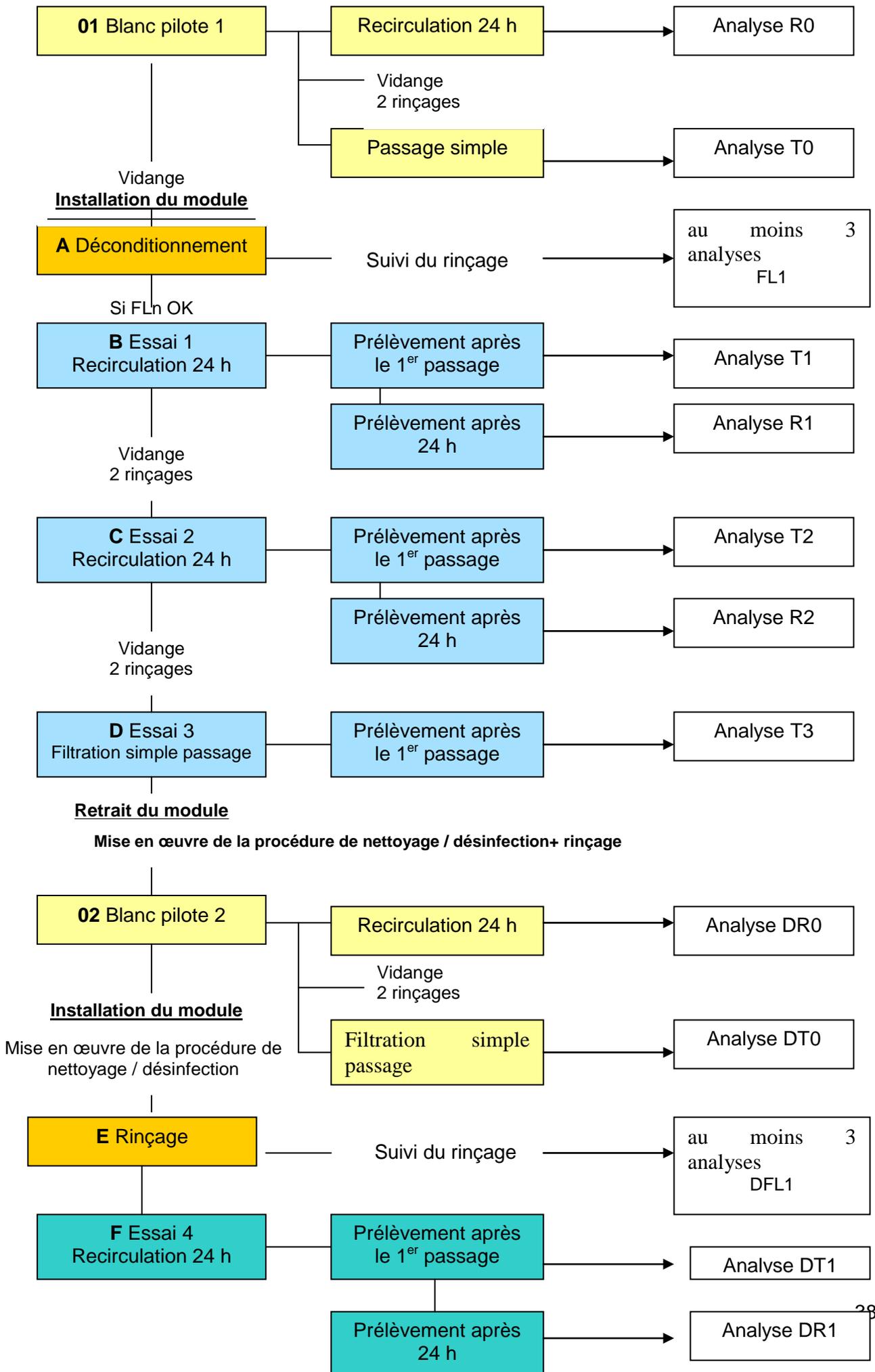
- après un passage en simple filtration du volume d'essai: les prélèvements sont dénommés **T** ;
- après une recirculation de 24 heures du volume d'essai: les prélèvements sont dénommés **R** ;
- lors du suivi d'une procédure de rinçage, les prélèvements sont au moins au nombre de 3 et sont dénommés **FL**. Dans le cas où la procédure met en œuvre de l'eau de rinçage telle que définie au § 3.3.3, la dernière analyse au moins doit être réalisée sur l'eau d'essai utilisée pour terminer le rinçage.

Les paramètres à analyser et les valeurs guides sont précisés dans le § 3.3.7 "Critères d'acceptabilité" du présent rapport.

Volume d'essai : le volume d'eau d'essai (en m³) doit permettre 48 passages au travers des membranes pendant une recirculation de 24h, avec un taux de conversion de 100%. Il doit donc correspondre environ à la moitié du débit appliqué au module lors de l'essai. Pour standardiser le volume d'eau d'essai par unité de surface membranaire, il est recommandé d'utiliser un volume de 50L d'eau d'essai par m² de membrane avec un flux de 100 L/h/m² à 20°C.

Température d'essai : l'essai est réalisé à une température de 20 ± 5 °C.

Schéma 1



3.3.6 Gestion des variantes

Absence de procédure décrite dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995:

Procédure proposée :

Si la constitution d'un module de filtration membranaire présente des modifications par rapport à celle du module représentatif celle-ci peut, dans certains cas développés ci-dessous, être considérée comme une variante et sa conformité vérifiée à l'aide d'essais de migration réduits.

En cas de modification des produits associés au module représentatif (produits de conditionnement, de conservation, de nettoyage, de désinfection), de nouveaux essais doivent être réalisés pour vérifier que ces produits ne modifient pas l'inertie du module.

Les nouveaux produits doivent au préalable être évalués dans les mêmes conditions de vérification et avec les mêmes exigences que celles décrites en § 3.2 *"Evaluation de la formulation chimique des produits de conditionnement, de conservation, de nettoyage et de désinfection et examen des protocoles proposés par le pétitionnaire"*.

3.3.6.1 Différence ou modification de la composition chimique de la membrane du module représentatif

En cas de changement de fournisseur pour une même substance (même n° CAS et pureté équivalente) accompagné d'un changement dans le procédé de fabrication de la membrane, des essais complets de migration doivent être réalisés (cf § 3.3.5. *"Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif"*).

En cas de changement d'un constituant, des essais complets de migration doivent être réalisés.

3.3.6.2 Différence ou modification de la composition des autres matériaux constitutifs du module représentatif

Il est proposé d'évaluer, comme suit, les modifications en fonction de la surface mouillée impliquée et du type de modification :

- pour les éléments dont la surface mouillée est supérieure à 1 % de la surface totale organique mouillée : les conditions de vérification et les exigences sont identiques à celles décrites au § 3.1. *"Evaluation de la conformité de la formulation des éléments constitutifs du module"* pour leur composition chimique et un essai de migration complet doit être réalisé sur le module de filtration tel que décrit au § 3.3.5. *"Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif"* ;
- pour les éléments dont la surface mouillée est comprise entre 0,1 % et 1 % de la surface totale organique mouillée : les conditions de vérification et les exigences sont identiques à celles décrites au § 3.1. *"Evaluation de la conformité de la formulation des éléments constitutifs du module"* pour leur composition chimique et un essai de migration réduit doit

être réalisé sur le module de filtration selon les phases 01 à C décrites au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif" avec les analyses R0, T0, FL..., T2, R2.

3.3.6.3 Modification des produits de conditionnement, de conservation, de nettoyage et de désinfection du module représentatif

- Si d'autres produits de conditionnement/conservation sont utilisés en association avec le module, des essais réduits doivent être réalisés avec les nouveaux produits revendiqués par le pétitionnaire: phases 01 à C décrites au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif".
- Si le produit de stockage est différent du produit de conditionnement courant, un essai réduit doit être réalisé à l'aide du produit de stockage : selon les essais 01 à C décrits au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif" avec les analyses R0, T0, FL..., T2, R2.
- Si d'autres produits de nettoyage/désinfection sont utilisés en association avec le module, des essais réduits doivent être réalisés à l'aide des autres solutions : essais 01, A (un nouveau module étant utilisé pour réaliser les essais, il devra être soumis à l'étape de déconditionnement) et essais 02 à F tels que décrits au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif".
- Si des évolutions techniques conduisent à des modifications des recommandations d'utilisation du module représentatif, les essais complémentaires suivants doivent être réalisés :
 - en cas de modification du produit de conditionnement ou de la procédure de rinçage/déconditionnement les essais réduits de type 01 à C décrits au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif" avec les analyses R0, T0, FL..., T2, R2, doivent être réalisés pour vérifier la conformité de cette variante ;
 - en cas de modification de la procédure ou du procédé de nettoyage/désinfection/décolmatage, les essais réduits de type 01, A (un nouveau module étant utilisé pour réaliser les essais, il devra être soumis à l'étape de déconditionnement) et 02 à F décrits au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif", doivent être réalisés pour vérifier la conformité sanitaire de cette variante.

3.3.7 *Critères d'acceptabilité*

Les critères d'acceptabilité de la procédure actuelle sont définis dans la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 (cf. annexe 1 du rapport).

La circulaire du 16 mars 1995 ne précisant pas le volume d'eau filtrée recirculé par mètre carré de membrane, des incohérences ont été mises en évidence, notamment au niveau de l'interprétation des résultats.

Par ailleurs, la dite circulaire ne prend en compte que les paramètres cités dans le décret 89/3²⁵ dont certains ne sont plus pertinents.

Nouvelle procédure proposée :

Seules les mesures des paramètres cumulatifs ou de balayage analytique (screening) sont conservées ainsi que celles relatives aux produits spécifiques à la mise en œuvre du module. Cette approche permet d'éviter de rechercher des substances comme les pesticides (qui ne sont de toute façon pas présentes) tout en permettant de détecter la présence d'une molécule qui ne serait pas recherchée. Certes, les méthodes cumulatives ou de balayage analytique ne permettent pas toujours l'identification d'une molécule mais, dans le cadre d'essais de migration, elles constituent un outil de décision plus satisfaisant que ceux précédemment utilisés.

A titre d'exemple, dans le cas de la méthode non normalisée CL/SM²⁷, technique qui ne permet aujourd'hui que l'identification des molécules présentes dans les bases de données des spectromètres de masse utilisés, celle-ci ne sera utilisée que pour le déclenchement d'une alarme, par mise en évidence d'un produit non identifié.

Les résultats ([C] en µg/L) sont corrigés des taux de récupération et des blancs. Par exemple, R1-R0, T1-T0, etc.

Avec la fixation des débits de filtration ramenés au mètre carré lors du recyclage de l'eau pour les essais de 24 heures, les résultats exprimés en mg/L ou µg/L sont interprétables et peuvent être comparés aux critères d'acceptabilité. Afin de suivre au plus près la norme d'essai européenne et de permettre une reconnaissance des essais menés en France par tous les pays de l'Union européenne, le groupe de travail recommande de procéder aux analyses sur toutes les fractions collectées.

Les paramètres et les critères applicables sont présentés dans les **tableaux V et VI**.

Il est rappelé que les analyses doivent être réalisées selon les méthodes normalisées en vigueur, si elles existent.

Tableau V : Paramètres et critères d'acceptabilité pour les membranes organiques

Etapas du protocole		01 02 B D F	B C	01 02 B C D F	A	E
Prélèvements		T0 T1 DT0 DT1	T2 T3	R0 R1 R2 DR0 DR1	FL1 FL2 FL3...	DFL1 DFL2 DFL3...
Paramètres	Critères					
COT	Variation inférieure à 0,5 mg/L Valeur inférieure à 5 mg/L en recirculation (à ±10%)	X	X	X	X	X
Conductivité	Inférieure à 50 µS/cm	X	X	X	FLn	DFLn

²⁷ CL/SM : chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse.

Flaveur,	seuil inférieur à 3	X	X	X		
Précurseurs de THM, (selon protocole ²⁸)	Somme des quatre THM inférieure à 20µg/L (à ± 5%)	X	X	X		
THM (uniquement dans le cas de désinfection au chlore)	Somme des quatre THM inférieure à 20µg/L					DFLn
Traceurs des produits de conditionnement	COT : variation inférieure <0,5 mg/L Conductivité : inférieure à 50 µS/cm pH : variation inférieure à 0,5 unité pH Demande en chlore : inférieure à 0,5 mg/L Chlore libre : inférieur à 0,2 mg/L Phosphates : inférieur à 0,1 mg/L Flaveur : seuil inférieur à 3	T1			X	
Traceurs des produits de nettoyage/désinfection	COT : variation inférieure <0,5 mg/L Conductivité : Inférieure à 50 µS/cm pH : variation inférieure à 0,5 unité pH Demande en chlore : inférieure à 0,5 mg/L Chlore libre : inférieur à 0,2 mg/L Phosphates : inférieur à 0,1 mg/L Flaveur : seuil inférieur à 3	DT1				X
Profil CG/SM (et éventuellement CG/SM-SM ²⁹)	1µg/L : - soit par molécule identifiée, - soit exprimé en équivalent alcane (pic le plus proche) et 10µg/L en recirculation	X	X	X		
COV y compris les COV halogénés (COVX) – voir liste indicative en annexe 5	1µg/L ou la limite de détection de la méthode (par molécule identifiée)	X	X	X		
Profil CL/SM (et éventuellement CL/SM-SM ³⁰)		X	X	X		

²⁸ Définir précisément les conditions de test : test de chlore résiduel après 2h, entre 4,5 et 5,5 mg/L de chlore libre (pour s'affranchir des problèmes de consommation de chlore dus à la verrerie) puis stocker les flacons à 20°C et dosage après 48 h ne pas dépasser 20 µg/l de THM totaux avec 5% d'incertitude.

²⁹ CG/SM-SM : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en tandem.

Pour CG/SM et CG/SM-SM il est indispensable d'effectuer une double extraction à pH =2 puis à pH=10 dans le dichlorométhane pour la chromatographie gazeuse avec mélange des extraits. (se référer au projet de norme prNF EN 15768 « identification GC-MS des composés organiques lixiviables à l'eau dans des matériaux en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine »). En cas de mise en évidence d'un composé par ces techniques, il est recommandé de le quantifier à l'aide d'un étalon alcane dont le pic de sortie sur les chromatogrammes est le plus proche du composé non identifié.

³⁰ CL/SM-SM : chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem.

Tableau VI : Paramètres et critères d'acceptabilité pour les membranes minérales

Etapas du protocole		0 B D F	B C	0 B C D F	A	E
Prélèvements		T0 T1 DT0 DT1	T2 T3	R0 R1 R2 DR0 DR1	FL1 FL2 FL3...	DFL1 DFL2 DFL3...
Paramètres	Critères					
COT	Variation inférieure à 0,5 mg/L Valeur inférieure à 5 mg/L en recirculation (à ± 10%)	X	X	X	X	X
Conductivité	Inférieure à 50 µS/cm	X	X	X	FLn	DFLn
Flaveur	seuil inférieur à 3	X	X	X		
Précurseurs THM, (selon protocole ³¹)	Somme des quatre THM inférieure à 20µg/L (à ± 5%)	X	X	X		
THM (uniquement dans le cas de désinfection au chlore)	Somme des quatre THM inférieure à 20µg/L					DFLn
Traceurs des produits de conditionnement	COT : variation inférieure <0,5 mg/L Conductivité : Inférieure à 50 µS/cm pH : variation inférieure à 0,5 unité pH Demande en chlore : inférieure à 0,5 mg/L Chlore libre: inférieur à 0,2 mg/L Phosphates : inférieur à 0,1 mg/L Flaveur : seuil inférieur à 3	DT1			X	
Traceurs des produits de nettoyage/désinfection	COT : variation inférieure <0,5 mg/L Conductivité : inférieure à 50 µS/cm pH : variation inférieure à 0,5 unité pH Demande en chlore : inférieure à 0,5 mg/L Chlore libre : inférieur à 0,2 mg/L Phosphates : inférieur à 0,1 mg/L Flaveur : seuil inférieur à 3	DT1				X

³¹ Définir précisément les conditions de test : test de chlore résiduel après 2h, entre 4,5 et 5,5 mg/L de chlore libre (pour s'affranchir des problèmes de consommation de chlore dus à la verrerie) puis stocker les flacons à 20°C et dosage après 48 h ne pas dépasser 20 µg/l de THM totaux avec 5% d'incertitude.

Dosage des éléments minéraux SAAF ³² ou ICP-AES ³³ ou ICP-SM ³⁴	En filtration directe : 10% de la valeur paramétrique (limite de qualité pour les éléments toxiques minéraux : CSP) – pour les éléments minéraux indésirables ou toxiques présents dans la constitution de la membrane minérale hors CSP : 1µg/L. En recirculation 24h : la valeur paramétrique limite de qualité pour les éléments toxiques minéraux : CSP – pour les éléments minéraux toxiques hors CSP : 10 µg/L.	X	X	X		
--	--	---	---	---	--	--

Ces critères sont à appliquer dans le cas des essais complets définis au § 3.3.5. "Protocole d'essai réalisé sur le module représentatif" et des essais réduits définis au § 3.3.6 "Gestion des variantes".

3.4 Conclusions sur l'innocuité des modules de filtration membranaire

Si les résultats ne sont pas conformes ou ne sont pas interprétables, le laboratoire habilité rend un avis défavorable à la mise sur le marché du module de filtration membranaire. Dans ce cas, la procédure s'arrête.

Dans le cas particulier d'une non-conformité concernant un ruban adhésif dont la surface mouillée dépasse 1% de la surface totale mouillée, le dossier devra être traité au cas par cas par l'Afssa.

Si les résultats sont conformes aux critères définis dans le **tableau V** ou dans le **tableau VI**, l'avis de l'Afssa n'est pas nécessaire et le laboratoire habilité peut directement conclure sur l'innocuité du module de filtration membranaire en précisant les produits de conservation, de conditionnement, de nettoyage et de désinfection ainsi que les temps de rinçage testés.

Ces informations pourront être présentées dans un tableau dont le modèle est donné à l'**annexe 7**. Toutefois, le module ne pourra être mis sur le marché tant que les preuves de l'efficacité revendiquée par le pétitionnaire n'auront pas été évaluées.

³² SAAF : spectrométrie d'absorption atomique avec flamme.

³³ ICP-AES : spectrométrie d'émission atomique utilisant une source à plasma à couplage inductif.

³⁴ ICP-SM : plasma à couplage inductif couplé à la spectrométrie de masse.

4 Efficacité des procédés de traitement mettant en œuvre des modules de filtration membranaire

Les procédés de production d'eau destinée à la consommation humaine comprennent toujours plusieurs étapes. Chacune d'elle assure tout ou partie d'un traitement : clarification, désinfection, élimination de matières dissoutes, etc.

Si la qualité finale de l'eau repose sur la chaîne de traitement en fonctionnement, il peut toutefois être utile d'évaluer *a priori* l'efficacité de chacune des étapes en conditions réalistes de fonctionnement.

Les modules de filtration membranaire constituant l'une des étapes de certains traitements de potabilisation des eaux, le GT a jugé utile de consacrer un chapitre aux modalités d'évaluation de l'efficacité de membranes et des procédés membranaires.

Après une dizaine d'années de pratique il apparaît que la norme Afnor de détermination du seuil de coupure des membranes d'ultrafiltration n'est pas utilisable pour évaluer cette efficacité.

L'efficacité des modules de filtration membranaires est liée à la nature de la membrane et à sa mise en œuvre. En ce qui concerne les membranes deux modes d'action peuvent être distingués :

- la rétention des particules et/ou des colloïdes (ce qui correspond approximativement à la microfiltration et à l'ultrafiltration) dispersés dans l'eau. Le mode d'action est un effet tamis qui peut être modulé par des effets de charge électrique portée par les matériaux membranaires et par les particules et/ou colloïdes considérés ;
- la sélectivité pour des composés dissous (ce qui correspond approximativement à la nanofiltration et à l'osmose inverse) dont la capacité à retenir des espèces repose sur un mécanisme de solubilisation et de diffusion plus ou moins sélectif à travers la membrane.

4.1 Procédure actuelle d'évaluation de l'efficacité des modules de filtration membranaire

La circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 relative à l'agrément des modules de traitement de filtration sur membranes et à l'approbation des procédés les mettant en œuvre pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine, définit comme suit la procédure d'évaluation de l'efficacité des procédés membranaires :

« la procédure d'approbation comprend plusieurs phases :

- *Phase 1 : Après avis favorable de Conseil supérieur d'hygiène publique de France³⁵, une autorisation provisoire d'emploi du procédé, sur le site retenu est délivrée par mon département ministériel. L'eau peut être distribuée à la population, pendant une période d'essai sous réserve de la mise en place d'un suivi renforcé du fonctionnement de l'installation et de la qualité de l'eau produite (surveillance et contrôle). Cette décision est notifiée au préfet du département intéressé.*

³⁵ ces dispositions ont été transférées à l'Afssa.

- *Phase 2 : En application de l'article 4 du décret 89-3 modifié du 3 janvier 1989, une autorisation préfectorale provisoire de distribution est donnée pour la durée de l'essai. Cette autorisation ne peut être accordée que si le module de filtration a préalablement été agréé.*
- *Phase 3 : Le rapport relatif aux résultats de l'essai établi par le pétitionnaire sous le contrôle de la DDASS, est transmis au Conseil supérieur d'hygiène publique de France³⁰ celui-ci statue de manière définitive sur la demande d'approbation du procédé de traitement en définissant notamment les conditions d'utilisation.*
- *Phase 4 : Le procédé de traitement est définitivement approuvé par mon département ministériel, l'approbation précise la référence exacte de la membrane qui est mise en œuvre et le nom de la société qui a mis au point le procédé. Une circulaire vous informe de cette approbation et des conditions dans lesquelles ce traitement peut-être mis en œuvre. Lors de la mise à jour de la circulaire relative à la liste des produits et procédés agréés ou approuvés pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine (voir circulaires citées en référence), ce procédé est ajouté à la liste.*

Dans certains cas particuliers, la procédure pourra être allégée notamment lorsque la demande d'approbation porte sur l'utilisation d'une membrane en tant que traitement de clarification des eaux de type A1 (décret 89-3, annexe I-3) sachant que :

- *le procédé ne pourra en aucun cas être considéré comme un traitement de désinfection;*
- *si l'eau subit un prétraitement chimique de coagulation, elle devra être neutralisée avant distribution.*

Le promoteur du procédé doit aussi me transmettre un dossier de demande d'approbation de même composition que celle décrite précédemment dans ce cas ; le site expérimental devient un premier site d'implantation qui fera l'objet d'un suivi renforcé pendant une période de six mois. A l'issue de cette période, le Conseil supérieur d'hygiène publique de France³⁰ sera informé des conclusions du suivi. »

4.2 Propositions pour l'évolution de la procédure

La procédure actuelle d'évaluation de l'efficacité des modules de filtration membranaire est très longue et les revendications des pétitionnaires sont le plus souvent très générales. De plus, la qualité des dossiers qu'ils présentent est très inégale.

Par ailleurs, la valeur ajoutée apportée par les utilisateurs de modules de filtration membranaire est minime puisque l'efficacité ne dépend que du module lui-même.

Pour améliorer la procédure d'évaluation, le groupe de travail a étudié les revendications possibles et défini les preuves d'efficacité à fournir pour chacune d'entre elles.

Pour cela, il s'est inspiré de l'approche proposée par l'EPA³⁶ pour l'évaluation de l'efficacité des modules de filtration membranaire vis-à-vis de la rétention de micro-organismes.

³⁶ http://www.epa.gov/safewater/disinfection/lt2/pdfs/guide_lt2_membranefiltration_final.pdf

Principe d'évaluation:

Le CSP modifié par le décret du 11 janvier 2007 indique que le pétitionnaire doit préciser les revendications d'efficacité du module de filtration membranaire qu'il souhaite utiliser ou mettre sur le marché et en apporter la preuve.

Pour ce faire, il doit présenter des résultats d'essais pilote prouvant que ses revendications sont exactes.

Pour la mise en œuvre des essais pilotes et le suivi en interne des paramètres de marche et de qualité de l'eau (capteurs en continu), tout le système doit être sous assurance qualité ISO 9001. Toutes les analyses sous-traitées doivent être réalisées par un laboratoire accrédité.

Les résultats d'analyses fournis par le pétitionnaire devront être confirmés par ceux réalisées par un laboratoire indépendant accrédité pour les opérations de prélèvement et pour tous les paramètres chimiques suivis. Cette confirmation pourra prendre la forme :

- soit d'un essai réalisé à l'identique ;
- soit d'un suivi complet sur le site de l'industriel ou de son prestataire par ledit laboratoire, d'un ou de plusieurs essais dont les résultats constitueront les preuves de l'efficacité du procédé de traitement mettant en œuvre le module de filtration membranaire.

Les essais réalisés par le laboratoire accrédité devront être conduits sur des modules disposant des preuves de leur innocuité.

Deux catégories de revendications sont envisageables :

- celles qui portent sur une efficacité d'abattement de particules telles que des virus, bactéries, algues, parasites, matières en suspension, colloïdes, etc. ;
- celles qui concernent une sélectivité vis-à-vis de molécules dissoutes et d'ions à préciser par le pétitionnaire.

En général, on quantifie la fraction de ces éléments qui reste dans le perméat, par rapport à la concentration présente dans l'eau alimentant le système à membrane, en utilisant l'abattement ou le taux de rétention.

4.3 Modalités d'évaluation de l'efficacité de procédés mettant en œuvre des modules de filtration membranaire pour la rétention de particules ou de colloïdes

Ces modules de filtration membranaire sont en général utilisés pour diminuer la turbidité et contribuer à l'abattement de la teneur en micro-organismes. Leur efficacité est basée sur un effet tamis.

Les particules qui ont une taille supérieure aux pores de plus grande dimension sont majoritairement retenues. Cependant, il est démontré que, dans certaines conditions, des bactéries peuvent passer à travers des pores dont la dimension nominale est inférieure à la leur. De ce fait, la connaissance des tailles des pores et des bactéries ne constituant pas un élément suffisant pour garantir l'efficacité d'un module membranaire, le recours à des essais est indispensable.

L'efficacité des modules membranaires est qualifiée par l'abattement des particules en suspension d'une taille donnée, de la turbidité, des virus, des bactéries, des algues, des parasites, etc.

4.3.1 Rétention de micro-organismes : protozoaires (*Cryptosporidium*, *Giardia*, *amibes*, etc.), bactéries, virus, algues, etc.

Dans le cas d'une revendication de la rétention des micro-organismes par le module, le pétitionnaire doit être en mesure de présenter les résultats d'au moins cinq essais réalisés en duplicata et en conditions opératoires variées, suivant des protocoles validés par un laboratoire accrédité et indépendant.

Les conditions (flux de perméat, pression, taux de conversion) choisies pour réaliser chaque essai devront nécessairement correspondre à des conditions dans lesquelles les modules seront amenés à fonctionner dans les installations auxquelles ils sont destinés.

Un essai sera au minimum de 4 heures durant lesquelles l'équipement sera maintenu en permanence en fonctionnement. Les conditions de réalisation d'un essai sont les suivantes :

- les paramètres opératoires (flux ramené à 20° C, débit de recirculation, pression d'entrée, pression de sortie, pression du perméat, facteur de concentration volumique) seront relevés toutes les 5 minutes pendant le premier quart d'heure puis ensuite au moins toutes les heures;
- des prélèvements de l'eau entrante et du perméat seront réalisés, à des fins d'analyse, en même temps que les prises de mesures ;
- en cas de fonctionnement séquentiel (par exemple filtration alternée avec phases de rétrolavage), des essais devront montrer l'efficacité du système au cours de toutes les phases de production d'eau c'est-à-dire non seulement dès le début de remise en filtration, mais également en fin de la séquence avant rétrolavage ;
- la perméabilité hydraulique de la membrane ou du module sera mesurée avant chaque essai, à la fin de chaque essai après un rinçage à l'eau de l'installation et avant tout nettoyage (chimique ou autre) du module ou de la membrane. Pour au moins un des essais, le module sera nettoyé chimiquement selon un protocole préconisé par le pétitionnaire et un nouvel essai réalisé, à l'identique, sur la membrane ainsi nettoyée ;
- le pétitionnaire indiquera le taux de rétention maximum (LRV) qui peut être mis en évidence sur le système mis en œuvre ;
- la qualité de l'eau utilisée, laissée à l'appréciation du pétitionnaire sous le contrôle du laboratoire, sera la même pour tous les essais. Les grandeurs, telles que la température pour chaque essai, la force ionique ou la conductivité, la turbidité et le pH devront être spécifiées. Le laboratoire veillera à ce que ces conditions soient représentatives de situations réelles ;
- l'ensemble des essais visés dans les paragraphes précédents pourra être réalisé avec des parasites, des bactéries ou des virus non pathogènes figurant dans la liste donnée en **annexe 6**. Cette dernière pourra faire l'objet de révisions en fonction de l'évolution des pratiques et de l'avancée des connaissances. Il convient de préciser que le dopage d'eau par des micro-organismes pouvant conduire à un ajout de micro-organismes agglomérés susceptible de biaiser le taux de rétention, le laboratoire réalisant les essais devra préciser les conditions de mise en œuvre.

La revendication se présentera sous la forme d'un abattement (ou d'une gamme d'abattements) pour un micro-organisme donné, assorti des conditions opératoires (ou des gammes de conditions opératoires) utilisées lors des essais et des perméabilités hydrauliques initiales mesurées et finales.

Il est donc indispensable que l'eau brute soit contaminée à un niveau suffisamment élevé pour déterminer la capacité d'abattements par le module de filtration membranaire.

4.3.2 *Rétention des particules et des colloïdes*

Les traitements membranaires étant des étapes physiques de clarification de l'eau (eau de surface ou eau influencée par des eaux de surface), la turbidité de l'eau filtrée devra respecter la réglementation en vigueur et être strictement inférieure à 0,5 NFU, en incluant l'incertitude analytique de la méthode. Cette valeur devra être vérifiée pour les turbidités maximales d'eau brute revendiquées par le pétitionnaire.

Pour ce faire, celui-ci doit être en mesure de présenter les résultats d'au moins cinq essais réalisés en double en précisant les conditions opératoires, suivant des protocoles validés par un laboratoire accrédité et indépendant.

Les conditions (flux de perméat, pression, taux de conversion) choisies pour réaliser chaque essai devront nécessairement correspondre à celles mises en œuvre lorsque les membranes et les modules seront amenés à fonctionner dans les installations auxquelles ils sont destinés.

La durée d'un essai sera au minimum de 4 heures durant lesquelles l'équipement sera maintenu en permanence en fonctionnement.

Le pétitionnaire signalera l'incidence éventuelle des matières organiques contenues dans l'eau (notamment la valeur d'adsorption UV mesurée à 254 nm) sur les performances de la membrane.

4.3.3 *Tests d'intégrité des modules de filtration membranaire*

C'est le responsable de l'installation qui doit assurer le contrôle de l'intégrité des systèmes qui sont placés sous son autorité. Les pétitionnaires indiqueront dans leur dossier de demande de mise sur le marché les protocoles de contrôle d'intégrité qu'ils préconisent pour leurs modules et systèmes.

Dans la mesure où, en l'état actuel des connaissances, il est impossible de détecter un défaut d'intégrité de la membrane correspondant à la taille d'un virus, la revendication portant sur la désinfection (virus) ne peut être acceptée.

En revanche, la filtration membranaire contribue à la rétention d'une grosse partie des micro-organismes, y compris les virus, notamment ceux qui sont agglutinés et donc les plus résistants aux traitements de désinfection chimique et physique. Elle constitue donc une bonne étape de préparation à la désinfection de l'eau mais une chaîne de traitement dotée de modules de filtration membranaire devra cependant être complétée par une étape de désinfection permettant l'inactivation des virus.

A titre indicatif, sont rappelés ci-après les principes des méthodes les plus couramment employées pour vérifier l'intégrité des modules :

- Méthodes discontinues

- Méthode du point de bulle (très difficile à mettre en œuvre). Le point de bulle est recherché par augmentation par paliers de la pression appliquée sur la phase " air ". La sensibilité du système est liée à la capacité à détecter la " première " bulle.
- Méthode de la baisse de pression (Pressure Decay Test : PDT) : elle consiste à pressuriser la phase " air " à une valeur prédéterminée (correspondant par exemple à la pression capillaire d'un défaut possédant la taille maximale admissible). Une fois cette pression établie, la mesure de pression est enregistrée au cours du temps et, de sa variation, on peut conclure à la présence ou à l'absence de défauts de cette taille.

Le détail des calculs du nombre minimum de défauts par unité de surface des membranes accessibles par cette méthode devra être fourni et il faudra s'assurer que le système est capable de détecter un défaut dont la taille maximum ne dépasse pas quatre micromètres.

- Méthode continue : comptage de particules dans le perméat

Cette méthode, bien que plus sensible que la mesure de turbidité, nécessite néanmoins la mise en œuvre d'équipements relativement onéreux. La plage de mesure devra être judicieusement choisie de façon à pouvoir détecter une particule de la taille d'un *Cryptosporidium*.

La sensibilité de la détection peut être augmentée par le nombre de détecteurs mis en place et par leur positionnement sur l'installation.

L'augmentation de la surface de filtration par module va à l'encontre de la sensibilité de ce dernier dispositif.

Remarque : la mesure de la turbidité qui permet de détecter une brèche ou une fuite importante du rétentat vers le perméat, n'est pas adaptée à la vérification de l'intégrité des membranes.

4.4 Cas des membranes sélectives des composés dissous

Ces membranes contribuent à la modification de la composition en éléments dissous dans les eaux: macromolécules, ions minéraux ou organiques, molécules (toxines, pesticides, perturbateurs endocriniens, etc).

A noter que ces membranes contribuent également à l'abattement des micro-organismes et, à ce titre, elles peuvent parfaitement faire l'objet des essais visés au paragraphe précédent. *A priori*, l'abattement attendu sur des membranes denses est supérieur à celui obtenu sur des membranes poreuses. Cependant, des fuites au niveau des jonctions demeurent possibles et sont d'autant plus probables que les pressions appliquées sont plus élevées et, par conséquent, des étapes finales de désinfection sont toujours indispensables. Comme ces traitements ne sont jamais utilisés seuls mais en couplage avec des procédés de rétention membranaire, l'élimination des parasites se produira à ce niveau.

Pour chaque composé visé, les résultats d'au moins 5 essais réalisés dans des conditions opératoires différentes (un paramètre au moins devra être modifié d'un essai à l'autre) seront fournis, chaque condition opératoire ayant été répétée 2 fois. Les résultats de rétention de solutés doivent être donnés sous la forme du taux de rétention (*voir définition*) dans les conditions suivantes :

- la matrice de l'eau utilisée pour les essais sera laissée à l'appréciation du pétitionnaire, sous le contrôle du laboratoire, sous réserve que la température de l'eau, son pH, sa force ionique (ou sa conductivité) soient précisées. Le laboratoire veillera à ce que ces conditions correspondent à des situations réelles ;
- les conditions opératoires (flux de perméat, pression, conditions hydrodynamiques dans le module) seront précisées et devront correspondre à des conditions préconisées par le pétitionnaire pour le module soumis à l'agrément ;
- la durée des essais sera au minimum de 4 heures et les conditions d'échantillonnage seront les mêmes que pour la partie microbiologie ;
- le pétitionnaire indiquera précisément le seuil de détection et la précision des mesures de concentrations, en particulier pour celles réalisées sur le perméat.

Les composés minéraux organiques dont le taux de rétention sera revendiqué sont plus particulièrement ceux pouvant affecter la qualité des eaux : dureté, nitrates, sulfates, micropolluants, etc. La revendication se présentera sous la forme d'un taux de rétention (ou d'un intervalle de taux de rétention) pour chaque composé, assorti des conditions opératoires.

Pour des molécules organiques différentes classées dans une même famille, il n'est pas possible d'extrapoler les résultats obtenus d'une molécule à l'autre. Par exemple les résultats obtenus pour un pesticide donné ne seront pas extrapolables à d'autres pesticides.

Le groupe de travail rappelle que la présence de colmatage éventuel de la membrane au cours des essais sera évaluée par la comparaison des mesures de coefficient de perméabilité hydraulique initiales et finales.

4.5 Conclusions sur les preuves de l'efficacité d'un procédé mettant en œuvre des modules de filtration membranaire

Les résultats des analyses réalisées lors des essais pilotes qui sont fournis par le pétitionnaire sont à confirmer par les résultats d'analyses effectuées par un laboratoire indépendant accrédité, dont la portée d'accréditation couvre les opérations de prélèvement et tous les paramètres suivis (ou équivalent européen).

Si le pétitionnaire a fait appel à un laboratoire accrédité indépendant (ou équivalent européen), les résultats sont réputés acceptables et il transmet alors au laboratoire habilité en charge de l'évaluation de l'innocuité du module de filtration, les preuves de l'efficacité revendiquée du procédé.

5 Conditions générales de mise sur le marché des modules de filtration et des procédés les mettant en œuvre

Le pétitionnaire transmet au laboratoire habilité qui aura évalué l'innocuité du module de filtration membranaire, l'ensemble des résultats des tests d'efficacité et des conditions opératoires associées.

Si les preuves d'efficacité sont validées, le laboratoire sera en mesure de délivrer une autorisation de première mise sur le marché du module de filtration membranaire et du procédé le mettant en œuvre en précisant les conditions de conservation, de conditionnement, de nettoyage et de désinfection et de préciser les revendications du pétitionnaire.

En cas de difficultés dans l'interprétation des résultats, le laboratoire sollicitera la Direction générale de la santé (DGS) qui pourra saisir l'Afssa.

Dans tous les cas les laboratoires habilités informeront la DGS des attestations de mise sur le marché délivrées.

Les étapes successives nécessaires pour l'obtention de la mise sur le marché d'un module de filtration membranaire comportant les deux volets « innocuité » et « efficacité » sont précisées sur le schéma 2.

Un modèle de présentation de l'avis relatif à la mise sur le marché d'un module de filtration membranaire délivré par le laboratoire habilité est donné à l'**annexe 7**.

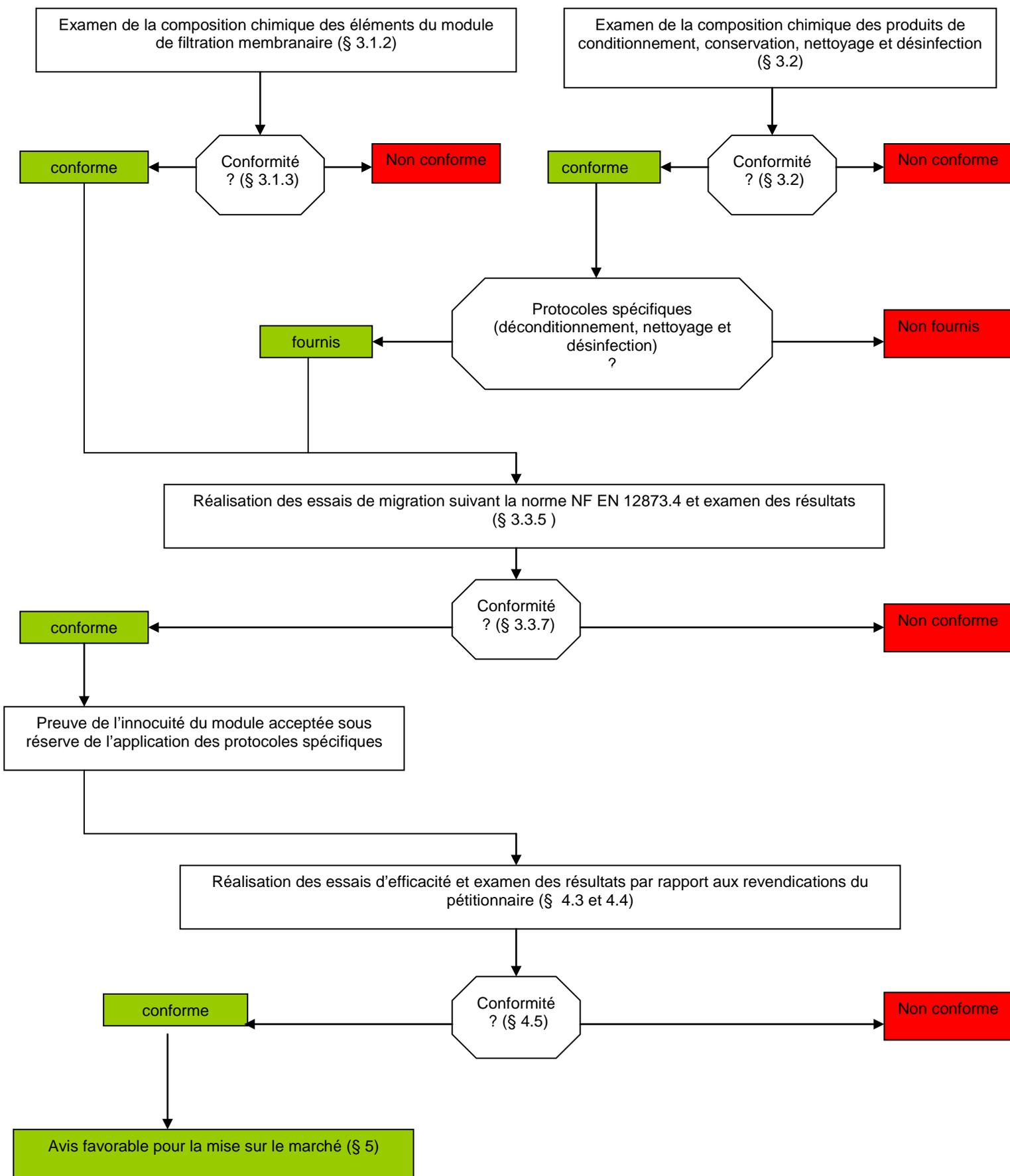


Schéma 2 : arbre décisionnel

6 Conclusions

Avec l'apparition de filières de production d'eau destinée à la consommation humaine incluant des modules de filtration membranaires, le ministère chargé de la santé avait publié le 16 mars 1995 une circulaire afin de mieux encadrer la mise sur le marché de ces dispositifs.

Ces dispositifs ont jusqu'alors été considérés comme des procédés innovants. A ce titre, les dossiers de demande d'autorisation correspondants étaient systématiquement soumis à l'expertise de l'Afssa.

Après plus de dix ans d'application des dispositions de cette circulaire, il s'est avéré nécessaire de procéder à leur actualisation à la lumière de l'expérience acquise et de l'évolution des connaissances scientifiques.

Par ailleurs, les réglementations européenne et française ont évolué et il appartient désormais au responsable de la première mise sur le marché d'apporter les preuves de l'innocuité du module de filtration membranaire et de l'efficacité revendiquée du procédé le mettant en œuvre.

Dans ce contexte, l'Afssa a décidé de s'autosaisir et de définir des lignes directrices spécifiques.

Ont été conservées les dispositions de la circulaire DGS/VS4/94/n°25 du 16 mars 1995 qui apportaient des éléments qui demeurent pertinents. Des modifications ont été proposées pour améliorer les dispositions qui se sont avérées soit insuffisantes soit difficiles à appliquer.

Concernant l'innocuité, l'expérience acquise montre que les délais observés pour l'obtention des agréments étaient liés pour partie aux démarches nécessaires à l'obtention des informations relatives à la composition et à la constitution de certaines parties du module. Il s'agit principalement d'informations relatives aux joints, colles et adhésifs qui, contrairement aux membranes et aux carters, n'offrent que de très faibles surfaces en contact avec l'eau. Ainsi l'Afssa propose de moduler les exigences en fonction du pourcentage de la surface mouillée d'un élément par rapport à la surface mouillée totale et d'introduire 3 classes suivant le pourcentage de la surface mouillée totale. Pour la mise en œuvre des essais de migration, la norme européenne NF EN 12873-4 sur la mise en œuvre des essais de migration, publiée en 2006, est désormais prise en compte.

Concernant l'efficacité du procédé mettant en œuvre le module de filtration membranaire, l'Afssa a étudié les revendications possibles et a défini les preuves d'efficacité à fournir pour chacune d'entre elles.

Par ailleurs, ces lignes directrices doivent permettre de transférer aux laboratoires habilités par le ministère chargé de la santé selon les modalités décrites par l'arrêté du 18 août 2009³⁷, l'évaluation de l'innocuité des modules de filtration membranaire et l'efficacité du procédé les mettant en œuvre. Ainsi l'avis de l'Afssa ne devra être requis que pour des dossiers présentant une spécificité ou une complexité particulière.

Tout en maintenant un égal niveau de sécurité sanitaire, ces lignes directrices apportent donc un éclairage scientifique et technique à destination :

- d'une part des professionnels, des administrations en charge de la gestion du suivi de ces dispositifs,
- d'autre part des laboratoires habilités à qui est transférée l'évaluation des modules de filtration membranaire.

³⁷ Arrêté du 18 août 2009 relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R*.1321-52 du code de la santé publique.

ANNEXE 1 - Circulaire DGS/VS4/94/N°25 du 16 mars 1995

^{MLG/mhproc.az}
MINISTERE DES AFFAIRES SOCIALES,
DE LA SANTE ET DE LA VILLE

MINISTERE DE LA SANTE

Direction Générale de la Santé

Sous-Direction de la Veille Sanitaire
Bureau de l'Eau (VS4)

Affaire suivie par : ML GUILLEMOT

REPUBLIQUE FRANCAISE

1, Place de Fontenoy-75350 PARIS 07 SP
Tél : 46.62.40.00

LE MINISTRE DES AFFAIRES SOCIALES,
DE LA SANTE ET DE LA VILLE

à

MESSIEURS LES PREFETS DE REGION
Direction Régionale des Affaires Sanitaires
et Sociales

à

MESDAMES ET MESSIEURS LES PREFETS
DES DEPARTEMENTS
Direction Départementale des Affaires Sanitaires et
Sociales

CIRCULAIRE DGS/VS4/94/N° 25 du **16 MARS 1995** relative à l'agrément des modules de traitement de filtration sur membrane et à l'approbation de procédés les mettant en oeuvre pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine.

Résumé : procédures d'instruction des dossiers de demande d'agrément des modules de filtration et d'approbation des procédés mettant en oeuvre ces membranes pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine.

Mots-clé : traitement, membrane, eau, consommation humaine.

Texte de référence : article L 21 du Code de la Santé Publique, décret 89-3 du 3 janvier 1989 modifié , circulaires du 7 mai 1990, du 27 mai 1992 et du 25 janvier 1994.

Au cours des dernières années, l'emploi de membranes de filtration pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine a fait l'objet d'approbations délivrées par mon département ministériel en application de l'article L21 du Code de la Santé Publique. Pour l'instruction de ces demandes d'approbation, deux procédures distinctes ont été suivies: l'une concerne l'agrément du module de traitement, l'autre l'approbation du procédé de traitement le mettant en oeuvre.

1- Procédure d'agrément d'un module de filtration:

L'agrément d'un module de filtration par membrane est délivré au terme d'une procédure qui inclut la consultation du Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France. Cette procédure permet uniquement de vérifier la compatibilité des matériaux utilisés pour la fabrication du module avec les eaux d'alimentation. Pour la composition du dossier joint à la demande, sont distinguées les membranes céramiques et les membranes organiques.

1-1 Membranes céramiques:

Si le module n'est constitué que de substances minérales, le dossier de demande doit présenter la référence précise ou le nom du module objet de la demande et, à titre confidentiel, la liste des substances entrant dans la composition du module.

1-2 Membranes organiques:

Chaque membrane organique doit faire l'objet d'une demande d'agrément spécifique.

Les dossiers doivent comprendre:

- la référence précise ou le nom du module objet de la demande,
- un descriptif exhaustif des substances utilisées pour la fabrication du module de filtration (à titre confidentiel) en mentionnant celles qui ne sont pas autorisées au titre de la réglementation relative aux matériaux placés au contact des denrées alimentaires (Brochure n°1227. Matériaux au contact des denrées alimentaires, produits de nettoyage de ces matériaux publiée au Journal Officiel),
- les résultats d'essais dynamiques réalisés pour vérifier la compatibilité des matériaux constitutifs du module avec la qualité des eaux destinées à la consommation humaine. Je vous transmets, pour information, le protocole qu'il convient d'utiliser; ce protocole a été approuvé par le Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France.

La demande d'agrément et le dossier doivent m'être transmis, en trois exemplaires, à l'adresse suivante:

**Direction Générale de la Santé
Bureau de l'eau
1, Place de Fontenoy
75350 PARIS 07SP**

2- Approbation d'un procédé de traitement:

La procédure d'approbation comprend la consultation du Conseil Supérieur d'Hygiène de France. Pour tout projet d'utilisation d'un module de filtration, un dossier doit être joint à la demande d'approbation qui me sera adressée, à l'adresse ci-dessus mentionnée en trois exemplaires.

Ce dossier devra comprendre les éléments suivants :

- . les objectifs du traitement,
- . les résultats d'essais pilote réalisés avec rejet de l'eau à l'égout,
- . un descriptif précis du dispositif,
- . la proposition d'un site expérimental dont les caractéristiques seront décrites (qualité de l'eau à traiter, population desservie, descriptif du réseau de distribution) ,
- . une proposition de suivi analytique renforcé de la qualité des eaux traitées à mettre en place pendant la phase d'essai.

La procédure d'approbation comprend plusieurs phases:

1/ Phase 1: Après avis favorable du Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France, une autorisation provisoire d'emploi du procédé, sur le site retenu est délivrée par mon département ministériel. L'eau peut être distribuée à la population, pendant une période d'essai sous réserve de la mise en place d'un suivi renforcé du fonctionnement de l'installation et de la qualité de l'eau produite (surveillance et contrôle) . Cette décision est notifiée au préfet du département intéressé.

2/ Phase 2: En application de l'article 4 du décret 89-3 modifié du 3 janvier 1989, une autorisation préfectorale provisoire de distribution est donnée, pour la durée de l'essai. **Cette autorisation ne peut être accordée que si le module de filtration a préalablement été agréé.**

3/ Phase 3: Le rapport relatif aux résultats de l'essai établi par le pétitionnaire sous le contrôle de la DDASS, est transmis au Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France celui-ci statue de manière définitive sur la demande d'approbation du procédé de traitement en définissant notamment les conditions d'utilisation.

4/ Phase 4: Le procédé de traitement est définitivement approuvé par mon département ministériel, l'approbation précise la référence exacte de la membrane qui est mise en oeuvre et le nom de la société qui a mis au point le procédé. Une circulaire vous informe de cette approbation et des conditions dans lesquelles ce traitement peut être mis en oeuvre. Lors de la mise à jour de la circulaire relative à la liste des produits et procédés agréés ou approuvés pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine (voir circulaires citées en référence), ce procédé est ajouté à la liste.

Dans certains cas particuliers, la procédure pourra être allégée notamment lorsque la demande d'approbation porte sur l'utilisation d'une membrane en tant que traitement de clarification des eaux de type A1 (décret 89-3, annexe I-3), sachant que:

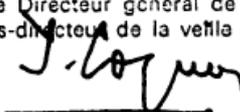
- le procédé ne pourra en aucun cas être considéré comme un traitement de désinfection;
- si l'eau subit un prétraitement chimique de coagulation, elle devra être neutralisée avant distribution.

Le promoteur du procédé doit aussi me transmettre un dossier de demande d'approbation de même composition que celle décrite précédemment dans ce cas; le site expérimental devient un premier site d'implantation qui fera l'objet d'un suivi renforcé pendant une période de six mois. A l'issue de cette période, le Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France sera informé des conclusions du suivi.

Par ailleurs, je vous informe qu' un groupe de travail du Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France devrait être en mesure de proposer prochainement des méthodes de

caractérisation de l'efficacité des membranes. La procédure d'instruction des dossiers décrite dans la présente circulaire sera modifiée ou complétée lorsque ce groupe aura rendu ses conclusions.

Pour le Ministre et par délégation
Pour le Directeur général de la santé
Le sous-directeur de la veille sanitaire



Docteur Yves COQUIN

Annexe à la circulaire DGS/VS4/94/N°25 du 16 mars 1995

Protocole de vérification de l'inertie des matériaux constitutifs des membranes de filtration placés au contact des eaux destinées à la consommation humaine.

INTRODUCTION

Les méthodes des essais définis ci-après s'appliquent aux matériaux des membranes

- de préfiltration,
- d'ultrafiltration,
- de nanofiltration,
- d'osmose inverse,
- d'électrodialyse

placés au contact des eaux destinées à la consommation humaine

I - VERIFICATION DE CONFORMITE

Avant le début des essais, le demandeur doit communiquer au laboratoire :

- 1°) A titre confidentiel, les différents constituants chimiques utilisés lors de la fabrication de la membrane.

Doivent être mentionnées les substances ne figurant pas dans la liste positive de la brochure n° 1227 :

"Matériaux au contact des denrées alimentaires - produits de nettoyage de ces matériaux" - Journal Officiel de la République Française.

- 2°) La nature des produits de conditionnement de la membrane et qui doivent être éliminés par rinçage avant toute utilisation.
- 3°) La nature des produits utilisés régulièrement pour le décolmatage et la désinfection des membranes.
- 4°) Une attestation des fournisseurs certifiant que les autres matériaux utilisés dans le module de filtration satisfont aux exigences réglementaires applicables aux matériaux en contact avec les denrées alimentaires (brochure 1227).

II - CONDUITE DES ESSAIS

Les différentes phases des essais sont réalisées en condition dynamique

II - 1. Matériel

Le demandeur doit mettre un pilote à la disposition du laboratoire pour toute la durée des essais.

Ce pilote dans sa conception, son fonctionnement et son entretien doit être représentatif des futures installations de traitement.

II - 2. Eau des Essais

L'eau utilisée doit être la plus pure possible, disponible au laboratoire (eau déminéralisée ou de qualité équivalente).

II - 3. Protocole

II - 3.1. Préparation initiale des membranes

a) *Membranes organiques*

Les membranes, organiques en particulier, sont généralement fournies à l'utilisateur sous conditionnement humide.

Cette première partie du test a pour but de vérifier l'efficacité du rinçage du module de filtration de manière à éliminer toute trace de produit de conditionnement avant mise en production d'eau destinée à la consommation humaine.

Elle se déroule :

- en circuit pilote ouvert : il y a élimination permanente du perméat et du concentrat.
- selon les indications de débit et de temps fournis par le demandeur.

Les paramètres de suivi de la "qualité" du perméat et du concentrat sont généralement:

- le carbone organique total,
- le pH,
- si possible, les produits de conditionnement eux-mêmes.

b) *Membranes minérales*

Lorsque des adjuvants organiques sont présents dans une membrane minérale, la membrane est considérée comme une membrane organique (les membranes minérales n'étant pas soumises à ce genre d'essais).

En cas de préparations particulières avant utilisation :

- lavage en milieu acide, basique...

le Laboratoire s'assure que le lavage qui suit cette opération initiale élimine toute trace de produit acide, basique...

A la fin de ces opérations de rinçage, un prélèvement est réalisé sur le perméat pour une analyse complète (selon Annexe I - 1. du Décret 89-3 - Limite de qualité des eaux destinées à la consommation humaine) :

- physico-chimique
 - avec recherche notamment des micropolluants minéraux et organiques.
 - mais aussi examen des profils chromatographiques obtenus en chromatographie liquide, gazeuse (détecteurs ECD - TSD - Spectrométrie de masse - techniques Head Space, Purge and Trap).
- test de cytotoxicité identique à celui réalisé pour les matériaux définis dans la Circulaire DGS/VS4/N° 94/9 du 25 Janvier 1994.

II - 3.2. Recirculation pendant 24 heures

Afin que ces essais soient effectués dans des conditions plus contraignantes pour la membrane que celles correspondant à l'utilisation normale, cette deuxième partie du test consiste à placer le pilote en position fermée, d'où une "recirculation" en continu et ceci, pendant 24 heures.

Le débit de la pompe, certaines caractéristiques du pilote, telles que :

- . volume de la cuve d'alimentation,
- . rapport perméat/concentrat,

sont adaptés afin que le liquide perméat traverse la structure de la membrane 50 fois (valeur moyenne en 24 heures).

A la fin de cette recirculation, une analyse complète identique à celle de la phase précédente (II - 3.1.) est faite au niveau de la cuve d'alimentation du pilote, avec en phase initiale et pour référence une manipulation identique sur le pilote seul sans membrane.

II - 3.3. Etape de nettoyage et de désinfection

Toute membrane doit être régulièrement décolmatée et désinfectée.

Ces opérations se font généralement :

- . par moyen physique : pression,
- . mais aussi, par moyen chimique.

Cette troisième partie du test consiste à s'assurer que le traitement chimique de nettoyage et de désinfection n'altère pas la structure de la membrane et n'induit pas des relargages dans l'eau.

Selon les indications fournies par le demandeur :

- . nature des produits utilisés,
- . temps de traitement,
- . temps de rinçage,

le laboratoire procède au nettoyage et à la désinfection du module mis à sa disposition.

L'étape de rinçage qui suit ce nettoyage-désinfection est suivie comme l'étape de rinçage initial (I - 3.1.) :

- . suivi de la qualité du liquide de rinçage (pilote en position circuit ouvert),
- . analyse complète du perméat à la fin de cette étape.

Après ce rinçage et afin également de se placer en conditions plus sévères qu'en utilisation normale, le pilote est ensuite positionné en "circuit fermé - recirculation 24 heures".

Tout comme en II - 3.2., à la fin de ces 24 heures, une nouvelle analyse complète est faite au niveau de la cuve du pilote.

III - NATURE DES ANALYSES A EFFECTUER ET LIMITES ADMISES POUR LES VARIATIONS DE CHAQUE PARAMETRE

III - 1. Rinçage(s) de la membrane

- . rinçage initial
- . rinçage après nettoyage-désinfection

COT, pH, produits spécifiques

Valeurs mesurées en sortie égales à celles de l'entrée à 10 % près.

III - 2. Analyses complètes en fin de rinçage et après recirculation 24 heures

III - 2.1. Eléments majeurs : calcium, sodium, chlorures...

Aucune variation appréciable

III - 2.2. Eléments indésirables et organoleptiques

PARAMETRES ANALYSES		EAU D'ESSAI	Augmentation - ou valeur - maximale admissible
Conductivité	microsiemens/cm	1 à 2	10 %
pH	unité pH	5,5 à 6	10 %
Ammonium	mg/l NH ₄	< 0,1	+ 0,1
Nitrites	mg/l NO ₂	< 0,05	+ 0,02
Azote Kjeldhal	mg/l NH ₄	< 1	
Oxydabilité au KMnO ₄ (milieu acide)	mg/l O ₂	< 0,5	+ 1,0
Carbone Organique Total	mg/l C	< 0,5	+ 1,0
Saveur synthétique	seuil	< 2	≤ 3
Saveur non synthétique	seuil	< 2	≤ 3

III - 2.3. Micropolluants

MICROPOLLUANTS MINERAUX		AUGMENTATION MAXIMALE ADMISSIBLE	MICROPOLLUANTS ORGANIQUES	AUGMENTATION MAXIMALE ADMISSIBLE
Mercure	Hg	+ 0,2 µg/l	Carbone Organique Total	+ 1,0 mg/l
Cadmium	Cd	+ 0,1 µg/l	Polychlorobiphényles (PCB)	+ 0,1 µg/l
Sélénium	Se	+ 2 µg/l	Tétrachlorure de carbone	+ 3 µg/l
Antimoine	Sb	+ 2 µg/l	Trichloroéthylène	+ 30 µg/l
Chrome	Cr	+ 10 µg/l	Tétrachloréthylène	+ 10 µg/l
Arsenic	As	+ 10 µg/l	Hydrocarbures polycycliques aromatiques	+ 0,2 µg/l
Plomb	Pb	+ 10 µg/l	Total des 6 substances*	
Nickel	Ni	+ 10 µg/l		

* L'augmentation maximale ne doit pas dépasser 0,2 µg/l pour le total des 6 substances suivantes :

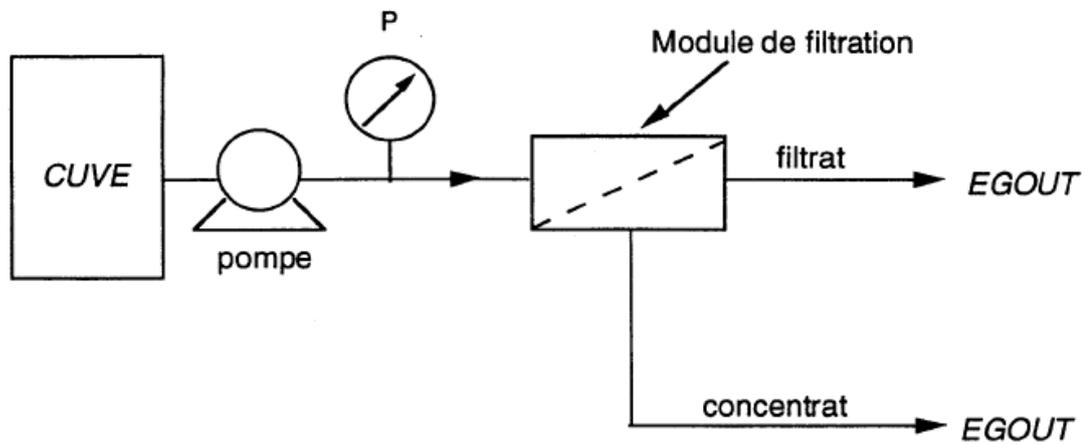
- . Fluoranthène
- . Benzo (3,4) fluoranthène
- . Benzo (11, 12) fluoranthène
- . Benzo (3,4) pyrène
- . Benzo (1,12) pérylène
- . Indéno (1,2,3-cd) pyrène

III - 2.4. Test de cytotoxicité

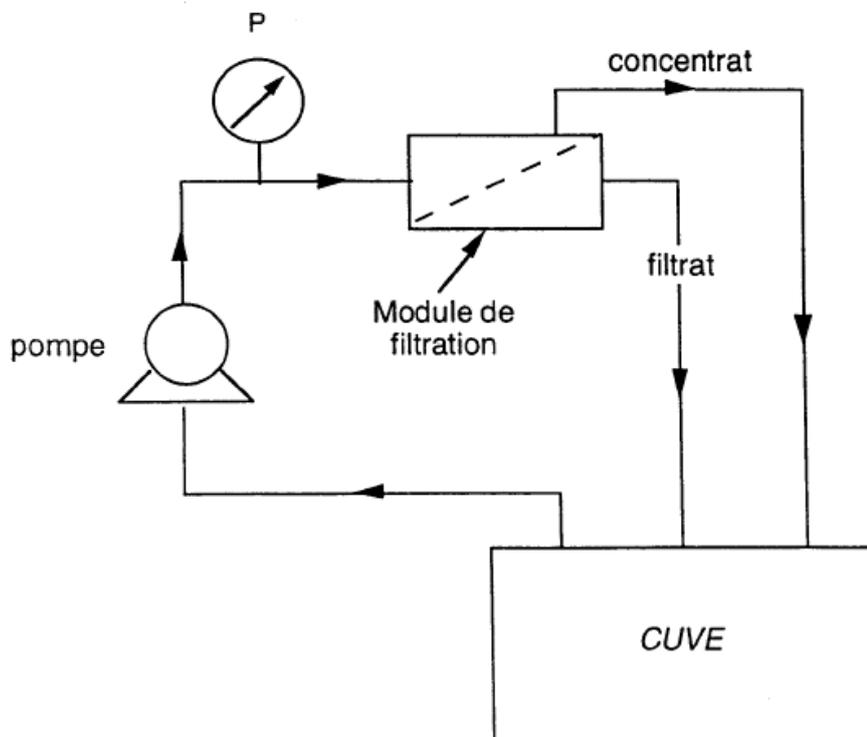
Pourcentage d'inhibition ≥ 70 % (par rapport au témoin fixé à 100 %).

SCHÉMA DE FONCTIONNEMENT DU PILOTE

CIRCUIT OUVERT



CIRCUIT FERME



MÉTHODES D'ANALYSE

I - ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

- Saveur : exprimée en seuil. Le seuil est le coefficient de dilution de l'eau étudiée avec une eau exempte de toute saveur (eau de référence ayant servi aux essais), au-delà duquel l'échantillon testé ne présente plus aucune saveur désagréable. Norme AFNOR n° NF T 90-035.
- pH : Norme AFNOR n° NF T 90-008.
- Conductivité électrique : (en microsiemens/cm) : Norme AFNOR n° NF T 90-031
- Oxydabilité au KMnO₄ (permanganate de potassium) : à chaud, en milieu acide : exprimée en mg/l d'oxygène cédé. Norme AFNOR n° NF T 90-018.
- Ions nitrites : (en mg/l NO₂). Norme AFNOR n° NF T 90-013.
- Ions ammonium : exprimés en mg/l NH₄. Norme AFNOR n° NF T 90-015.
- Azote Organique Kjeldahl, exprimé en mg/l NH₄ : Guide AFNOR n° NF T 90-110.
- Carbone Organique Total : exprimé en mg/l C. Norme AFNOR NF T 90-102.
- Micropolluants minéraux (exprimés en µg/l : Hg, Cd, Se, Sb, Cr, As, Pb, Ni: Normes AFNOR T 90-112 et T 90-113, projet de normes AFNOR NF T 90-119.
- Carbone Organique Total (exprimé en mg/l) : Norme AFNOR n° NF T 90-102.
- Essais d'identification par spectrométrie de masse

Préparation de l'échantillon :

L'eau à analyser (témoin ou essai) est extraite au dichlorométhane, en deux ou trois fractions successives. Les fractions organiques sont récupérées, séchées (par passage sur sulfate d'alumine ou par congélation), puis concentrées. Le facteur de concentration ainsi réalisé doit être au moins un facteur mille par rapport à l'échantillon initial.

Identification des composés organiques :

Les extraits concentrés sont analysés par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse fonctionnant en impact électronique.

Pour cette analyse par chromatographie en phase gazeuse, des colonnes capillaires à phase faiblement polaire conviennent.

Les principaux pics présents dans le chromatogramme obtenu en courant ionique total sont identifiés.

Estimation semi-quantitative

Toujours basée sur le chromatogramme obtenu en courant ionique total, une estimation semi-quantitative est réalisée sur les composés organiques identifiés dans les échantillons.

Dans ce but, le système analytique est étalonné par rapport à une solution de concentration connue d'un mélange d'alcane aliphatiques. Ces alcanes sont choisis de façon à couvrir une gamme étendue de nombre de carbone (exemple C₈ à C₃₆). L'alcane de nombre de carbone le plus élevé dans le mélange étalon doit avoir un temps de rétention au moins égal à celui du dernier pic identifié dans le chromatogramme des échantillons.

L'estimation semi-quantitative d'un composé identifié dans un échantillon se fait par rapport à l'alcane du mélange étalon de temps de rétention le plus voisin.

- * Polychlorobiphényles (exprimés en ng/l de PCB 5) : Norme AFNOR NF T 90-120. Dosage des pesticides organochlorés et des PCB.
- * Hydrocarbures polycycliques aromatiques (exprimés en ng/l de la substance dosée) : Norme AFNOR NF T 90-115.
Composés mesurés : fluoranthène, benzo (3,4) fluoranthène, benzo (11,12) fluoranthène, benzo (3,4) pyrène, benzo (1,12) pérylène, indéno (3,4) pyrène.
- * Organo-halogénés volatils (exprimés en µg/l de la substance dosée) : Norme AFNOR NF T 90-125. Méthode "d'espace de tête" statique.
- * Composés volatils non halogénés ou "Solvants non chlorés" (exprimés en µg/l de la substance dosée).

Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à ionisation de flamme.

Méthode "d'espace de tête" dynamique ("Purge and Trap"). Méthode décrite dans "Technique de dosage des solvants non chlorés à l'état de traces dans les eaux. Application à l'étude des matériaux au contact de l'eau" : S. RAUZY et D. RAISON, Journal Français d'Hydrologie, 1988, 19, 9-16.

Composés détectés : acétone, butanone, méthylisobutylcétone, acétate d'éthyle, benzène, éthylbenzène, toluène, xylène (o, m, p), etc...

TEST DE CYTOTOXICITE

A - MATERIEL

A - 1. SOUCHE CELLULAIRE

Les cellules utilisées sont les cellules humaines HeLaS3 (ATCC, CCL 2.2).

Mode de conservation : après addition de DMSO (10 % v/v final) ou de glycérol ultrapur (10 % v/v final) au milieu de culture, et répartition dans des ampoules, les cellules sont conservées dans l'azote liquide.

A - 2. MILIEUX DE CULTURE

A - 2.1. Entretien de la souche cellulaire

Le milieu de culture utilisé contient :

- milieu minimum essentiel de Eagle (10 fois concentré)	100 ml
- solution de bicarbonate de sodium à 7 %	32 ml
- solution de glutamine 200mM	10 ml
- solution d'acides aminés non essentiels 100 X	10 ml
- sérum de veau foetal	50 ml
- eau ultrapure QSP	1 050 ml

Le pH du milieu est ajusté à 7,25 à l'aide d'une solution de soude 1N stérile.

Les cellules sont cultivées à 37°C en monocouche dans des flacons de 150 cm².

Le milieu de rinçage des tapis cellulaires contient :

- PBS solution de Dulbecco (10 X) sans calcium ni magnésium	100 ml
- eau ultrapure QSP	1 000 ml

Le pH de la solution est ajusté à 7,2.

Le décollement des cellules est obtenu en utilisant une solution de versène 1 : 5 000

A - 2.2. Entretien des cellules en suspension

Les cellules sont cultivées à 37°C et maintenues sous agitation dans des flacons de type Bello.

Le milieu est renouvelé quotidiennement. Il contient :

- milieu minimum essentiel de Eagle pour culture en suspension 10 S (GIBCO)	100 ml
- solution de bicarbonate de sodium à 7 % (GIBCO)	32 ml
- solution de glutamine 200 mM (GIBCO)	10 ml
- solution d'acides aminés non essentiels 100 X (GIBCO)	10 ml
- sérum de veau foetal (GIBCO)	50 ml
- eau ultrapure QSP	1 050 ml

Le pH du milieu est ajusté à 7,25 à l'aide de soude stérile 1N.

A - 2.3. Qualité des produits et du matériel

Les milieux de culture et le sérum foetal doivent être d'une qualité au moins égale à celle des produits GIBCO. Les flacons pour culture en monocouche doivent être de qualité au moins égale à ceux de CORNING et les flacons pour culture en suspension, de qualité au moins égale à ceux de BELLCO. D'une façon générale, la verrerie doit être en pyrex, de qualité au moins égale à celle de SCHOTT.

L'eau ultrapure utilisée pour la reconstitution des milieux de culture doit être dépourvue de toute trace de matières organique et minérale. Pour cela, elle doit être de qualité au moins égale à celle obtenue à l'aide du monodistillateur à pyrolyse (pyrodistillateur PASTEUR[®]) commercialisé par BIOSYS. A défaut, l'eau de VOLVIC en bouteille de verre peut convenir, à condition qu'elle soit fraîchement embouteillée.

B - METHODES

B - 1. ENTRETIEN DES CELLULES

B - 1.1. Cellules en monocouche

Les cellules HeLa S3 sont ensemencées avec du milieu MEM dans des flacons Corning 150 cm² et incubées à 37°C jusqu'à l'obtention d'un tapis confluent. Le milieu est éliminé et le tapis cellulaire rincé 2 fois par 5 ml de PBS, puis recouvert par 1 ml de solution de versène. Les flacons sont ensuite placés à 37°C pendant 5 min., puis les cellules décollées par agitation douce. Après addition de 5 ml de milieu, les cellules sont homogénéisées par pipettages répétés, réparties dans trois flacons et additionnées de 50 ml de milieu de culture. Dans ces conditions, le tapis est confluent en 2 jours.

B - 1.2. Cellules en suspension

Les cellules de 2 boîtes confluentes sont versénisées et mises en culot par centrifugation à 200 g pendant 5 min. Le culot obtenu est dispersé par pipettages dans du milieu S-MEM et la quantité de cellules est ajustée de 5.10⁵ à 6.10⁵ cellules par ml. Dans ces conditions, le volume de suspension cellulaire obtenu est d'environ 150 ml. Les cellules sont maintenues en suspension sous agitation magnétique continue à 37°C dans des flacons avec barreau magnétique suspendu incorporé (BELLCO). Les cellules sont dénombrées et le milieu renouvelé quotidiennement. Le temps de doublement est, dans ces conditions, d'environ 19 h.

Remarque : les cellules sont, dans les deux cas, cultivées sans antibiotique.

B - 2. RECONSTITUTION DU MILIEU DE CULTURE

milieu de culture 5,2 fois concentré est préparé en mélangeant successivement :

- S-MEM 10 X	100 ml
- solution de bicarbonate à 7 %	32 ml
- solution de glutamine 200 mM	10 ml
- solution d'acides aminés non essentiels 100 X	10 ml
- sérum de veau foetal	50 ml

Le milieu de culture 1 X est reconstitué à partir des échantillons d'eau à analyser en ajoutant 1 volume de milieu concentré à 4,2 volumes d'eau à tester. Le pH du milieu est ajusté à 7,25 avec une solution de soude 1N stérile.

Le milieu témoin est reconstitué en ajoutant un volume de milieu concentré à 4,2 volumes d'eau ultra-pure.

B - 3. INCUBATION DES CELLULES

Des cellules HeLa S3 issues d'une même culture en suspension sont réparties dans autant de tubes que d'échantillons d'eau à tester ainsi que dans un tube témoin, à raison de 6.10⁶ cellules par tube. Après centrifugation (200 g, 5 min., 20°C) et élimination des surnageants, chaque culot est repris par 10 ml du milieu reconstitué correspondant, ce qui amène la densité cellulaire à 6.10⁵ cellules/ml. Les agrégats cellulaires sont dispersés par pipetages rapides, puis la suspension cellulaire est incubée à 37°C sous agitation magnétique douce. Après 20 heures d'incubation, les cellules sont soumises à la mesure de la vitesse de synthèse d'ARN.

Le tube témoin est traité de façon identique, mais les cellules sont incubées avec du milieu reconstitué avec l'eau ultrapure.

B - 4. MESURE DE LA VITESSE DE SYNTHÈSE D'ARN

La méthode utilisée est celle décrite par C. FAURIS et Coll. (1,2). Elle consiste à incuber des cellules dans un milieu de culture reconstitué avec l'eau à tester, puis à mesurer, après 20 heures d'incubation, la vitesse de synthèse d'ARN cellulaire. Celle-ci est déterminée en mesurant la vitesse d'incorporation d'un traceur radioactif, l'uridine tritiée, dans l'ARN cellulaire. La technique est exposée ici brièvement :

B - 4.1. Méthodologie

Après 24 heures d'incubation, 1 ml de chaque culture est prélevé et transféré dans autant de tubes à hémolyse placés dans un bain-marie à 37°C. Au temps zéro, chaque tube reçoit 4 µCi d'uridine tritiée (40-50 Ci/mmol) et est incubé au bain-marie à 37°C.

Après une brève agitation de chacun des tubes au vortex, des prélèvements de 100 µl sont effectués toutes les 5 minutes durant 30 min. Chaque aliquote est déposée sur une feuille de papier Whatman 3MM prétraitée au dodecyl sulfate de sodium (SDS) 3 % (P/V) qui permet la lyse des membranes cellulaires.

La fraction acido-soluble est éliminée par chromatographie descendante dans de l'acide trichloroacétique (TCA) 5 % (P/V). Après découpage des dépôts, rinçage dans de l'alcool froid à 96 % et séchage, l'uridine incorporée est mesurée par scintillation liquide dans 5 ml de mélange scintillant liquifluor-toluène.

Par ailleurs, à la fin de chaque cinétique un prélèvement de 100 µl est déposé sur un disque de papier Whatmann 3 MM et séché. Cela permet de déterminer la radioactivité totale introduite dans chaque tube.

Dans ces conditions, la vitesse de synthèse d'ARN cellulaire est linéaire pendant au moins 30 min., après une phase de latence d'environ 4 min. qui représente le temps nécessaire à l'uridine pour pénétrer dans la cellule.

B - 4.2. Expression des résultats

Pour chaque culture, la vitesse de synthèse d'ARN est déterminée en calculant la pente de la droite de régression des valeurs expérimentales obtenues pour chaque cinétique. Cette vitesse est rapportée à celle obtenue pour le témoin arbitrairement fixé à 100 %. Les résultats sont alors exprimés en pourcentage d'inhibition de synthèse.

C - REFERENCES

1. C. FAURIS, C. DANGLLOT et R. VILAGINES
Mesure de la cytotoxicité des eaux par inhibition de la synthèse d'ARN cellulaire : mise au point d'une microméthode de mesure de la vitesse d'ARN cellulaire et domaines d'application. Dans "les tests de toxicité aiguë en milieu aquatique". Les Colloques de l'INSERM, 1981, 106, 455-463.
2. C. FAURIS, C. DANGLLOT et R. VILAGINES
Rapidité of RNA synthesis in human cells. A highly sensitive parameter for water cytotoxicity evaluation.
Water Res., 1985, 19, 677-684.
3. R. VILAGINES, C. FAURIS et D. DANGLLOT
La valeur sanitaire des tests de cytotoxicité.
Communication présentée à l'Académie de Médecine le 21 Octobre 1987. Bull. Acad. Natl. Med., 1987, 171, 903-911.

ANNEXE 2 - Modèle de présentation des informations requisies sur la formulation chimique

Modèle de présentation des informations requises sur la formulation chimique

Description (éléments mouillables)	Liste des molécules et/ou référence commerciale	Fournisseur (coordonnées)	Surface mouillée en contact	
			Eau brute	Eau filtrée
Membrane				
Support de membrane				
Tube collecteur				
Empotage				
Manchons				
Carter				
Connexions				
Joints				
Colles				
Adhésifs				
Autres				

ANNEXE 3 - Liste de référence des substances et produits préconisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection

Liste de référence des substances et produits préconisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection

Nature des produits préconisés	Conditions d'utilisation	Revendications	Méthodes d'analyse pour le suivi des produits
acide citrique C ₆ H ₈ O ₇ , H ₂ O monohydrate CAS : 5949-29-1	- Seul : solution à 2% - Objectif : pH 4 - Mélangé avec NH ₄ : Solution de concentration de 1 à 4 % - Solution à 2,6%	- Nettoyage chimique de la membrane pour éliminer les dépôts minéraux, organiques et biologiques - Nettoyage chimique de la membrane - Produit de conservation	COT , pH
acide phosphorique H ₃ PO ₄ CAS : 7664-38-2 Norme NF EN 974	- Solution de concentration de 0,5% à 32-35%	- Nettoyage chimique de la membrane pour éliminer les dépôts minéraux et biologiques	pH , phosphates, conductivité
hydrogénosulfite de sodium (Bisulfite de sodium) NaHSO ₃ CAS : 7631-90-5 Norme NFEN 12121	- Solution à 1 % - objectif pH = 11 - Mélange avec hydrosulfite de Na (40 %) - Solution à 500 mg/L ou 1 % - Solution concentration 1 à 38% - Solution à 1% - objectif pH = 5	- Élimination des oxydes métalliques et sulfates de Ca, Ba et Sr - Nettoyage chimique - Inhibiteur de développement biologique - Produit de conservation - Produit de conditionnement	pH, potentiel redox, demande en chlore
acide sulfurique H ₂ SO ₄ CAS : 7664-93-9 Norme NF EN 899	- Solution à 55 ou 96 % - objectif pH = 2 - pH = 5 / 6	- Nettoyage chimique de la membrane. Élimination des dépôts minéraux - Produit de conditionnement	pH, conductivité
hypochlorite de sodium NaOCl CAS : 7681-52-9 Norme NF EN 901	- Solution de 250 à 1000 ppm seul ou mélangé avec de la soude caustique - Solution de 5 à 400 ppm - Solution de 0,5 à 50 ppm - Solution à 5 mg/L	- Nettoyage chimique de la membrane. - Désinfectant / biocide - Produit de conditionnement - Produit de conservation	- chlore, pH - chlore libre - chlore libre/total - chlore libre/total

peroxyde d'hydrogène H_2O_2 CAS : 7722-84-1 Norme NF EN 902	Solution de concentration 500 ppm mélangée avec de la soude Concentration inférieure 0,2% Concentration de 0,02 à 0,2%	Nettoyage chimique de la membrane. Élimination des dépôts minéraux organiques et biologiques Inhibiteur du développement biologique Désinfectant / biocide	pH, demande en chlore ou kits de dosage H_2O_2
hydroxyde de sodium (soude caustique) NaOH CAS : 1310-73-2 Norme NF EN 896	Solution de 0,1 à 50 % Mélangé avec Na_4EDTA à 1 % Mélangé avec laurylsulfate Na à 0,025 % Mélangé avec SDS à 0,1 % - objectif pH11 Mélangé avec NaClO Mélangé avec H_2O_2 Mélangé dans ultrasil 10 Solution à 0,13%	Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique Produit de conservation	pH, conductivité COT, pH
acide chlorhydrique HCl CAS : 7647-01-0 Norme NF EN 939	Solution de 0,5 à 70% - objectif pH = 1 à 2,5 pH 5 à 6	Nettoyage chimique / Élimination des dépôts minéraux métalliques et biologiques Produit de conditionnement	pH conductivité
hydroxyde d'ammonium (Ammoniaque) NH_4OH CAS : 1336-21-6	Mélangé avec acide citrique objectif pH = 3 à 4	Nettoyage chimique Nettoyage chimique / Élimination des dépôts minéraux et métalliques	pH, conductivité, COT
éthylène diamine tétracétate tétrasodique (Na_4EDTA) $Na_4C_{10}H_{12}N_2O_8$ CAS : 64-02-8	Solution à 0,8 à 1 % Mélangé avec NaOH à 0,1 % Mélangé avec tripolyphosphate de sodium à 2 % Mélangé avec sulfate de sodium, soude, polyphosphate de sodium, dodecylbenzène sulfonate de sodium (Ultrasil 10)	Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique Nettoyage chimique / Élimination des dépôts inorganiques et du colmatage biologique	pH, conductivité, COT
sodium lauryl sulfate $NaC_{12}H_{25}SO_4$ CAS 151-21-3	Mélangé à NaOH à 0,1%	Nettoyage chimique / Élimination des dépôts inorganiques et du colmatage biologique	COT
acide sulfamique NH_2SO_3H CAS: 5329-14-6	Solution à 1%	Nettoyage chimique / Élimination des dépôts inorganiques et du colmatage biologique	pH, conductivité

dodecyl-benzène-sulfonate de sodium (Na-DDBS) NaC ₆ H ₅ (CH ₂) ₁₂ -SO ₃ CAS : 25155-30-0	- Mélangé au tripolyphosphate de sodium à 2% et NaOH - objectif pH =10 - Mélangé dans ultrasil 10	- Nettoyage chimique / Élimination des matières organiques naturelles - Nettoyage chimique	pH, conductivité
tripolyphosphate de sodium (STPP) Na ₅ P ₃ O ₁₀ (CAS : 7758-29-4) NF-EN 1200	- Mélangé au dodecylbenzènesulfonate ou à Na ₄ EDTA- objectif pH =10 - Mélangé dans ultrasil 10 - Concentration : 1 à 5 mg/L	- Nettoyage chimique / Élimination des matières organiques naturelles - Nettoyage chimique - Produit de conditionnement	pH, conductivité
dodécyl sulfate de sodium (SDS, lauryl sulfate de sodium) NaC ₁₂ H ₂₅ SO ₄ CAS : 151-21-3	- Mélangé avec NaOH : à 0,1% - objectif pH 11,5)	- Nettoyage chimique / Elimination des dépôts organiques et des matières biologiques	pH, conductivité, COT
sulfate de sodium CAS : 7757-82-6	- Mélangé dans Ultrasil 10	- Nettoyage chimique	conductivité
hydrosulfite de sodium Na ₂ S ₂ O ₄ CAS : 7775-14-6 NFEN 12124	- Solution à 1%	- Nettoyage chimique / Élimination des dépôts inorganiques et du colmatage biologique	demande en chlore, potentiel redox
acide peracétique CH ₃ COOOH C ₂ H ₄ O ₃ CAS : 79-21-0	- Mélangé avec peroxyde d'hydrogène : inférieur à 0,2%	- Inhibiteur du développement biologique	COT, demande en chlore, pH, dosage spécifique H ₂ O ₂
chlore Cl ₂ CAS : 7782-50-5 Norme NF EN 937	- Concentration de 5 à 500 mg/L - Concentration inférieure à 2 mg/L	- Désinfectant - Inhibiteur du développement biologique	chlore libre, pH
dioxyde de chlore ClO ₂ CAS : 10049-04-4 Norme NF EN 12671	- Solution à 5 mg/LCl ₂	- Désinfectant	chlore libre, pH
glutaraldéhyde C ₅ H ₈ O ₂ (CAS : 111-30-8)	- En solution de 0,1 à 1,0% / en solution de 0,2 à 0,4 %	- Agent désinfectant / produit de conditionnement	COT

<p>isothiazoline (Kathon 5287) (4,5 dichloro-2-n-octyl-4-isothiazolin-3-one) CAS : 64359-81-5</p>	<p>Solution commerciale (Kathon®) comportant 1,5% de composés actifs à une concentration recommandée de 15 à 25ppm</p>	<p>Inhibiteur du développement biologique</p>	<p>COT</p>
<p>métabisulfite de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ CAS : 7681-57-4 NF EN 12121</p>	<p>En solution à 1%</p>	<p>Produit de conservation Produit de conditionnement</p>	<p>Demande en chlore, potentiel redox</p>
<p>1,2,3 propane triol (glycérol, glycérine) $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ CAS : 56-81-5</p>	<p>Solution de 20% à 65% Mélange avec de l'éthanol (2%)</p>	<p>Produit de conservation et de conditionnement Produit de conditionnement</p>	<p>COT</p>
<p>éthanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ CAS : 64-17-5 Norme NF EN 13176</p>	<p>En solution à une concentration de 2 à 50%</p>	<p>Solution de conservation</p>	<p>COT</p>
<p>polyacrylates $(\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2)_x$ CAS : 9003-01-4</p>	<p>Concentration de 1 à 5 mg/L</p>	<p>Produit de conservation anti-dépôts minéraux et métalliques</p>	<p>COT</p>
<p>carbonate disodique (carbonate de sodium) Na_2CO_3 CAS : 497-19-8 NF EN 897</p>	<p>Mélange avec de l'hydroxyde de calcium</p>	<p>Adoucissement</p>	<p>pH, conductivité</p>
<p>hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ CAS : 1305-62-0</p>	<p>Mélange avec du carbonate de sodium</p>	<p>Adoucissement</p>	<p>pH, conductivité</p>
<p>DBNPA 2,2,dibromo-3-nitrilo-propionamide $\text{C}_3\text{H}_2\text{Br}_2\text{N}_2\text{O}$ CAS : 10222-01-2</p>		<p>Produit de conditionnement /anti-dépôts biologiques</p>	<p>COT</p>

sulfate de cuivre $\text{CuSO}_4, 5 \text{H}_2\text{O}$ CAS : 7758-99-8 Norme NF EN 12386	- Concentration de 0,1 à 0,5 ppm	- Produit de conditionnement / contrôle des algues	cuivre
propanol $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ CAS : 62309-51-7	- En solution à 50%	- Produit de conditionnement / éléments mouillants	COT
propylène glycol $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$ CAS : 6423-43-4	- En Solution à 10%	- Produit de conservation - Produit de conditionnement pour prévenir le développement biologique	COT
chlorure de calcium CaCl_2 CAS 10043-52-4	- Solution à 40% avec eau déionisée	- Solution de conservation / inhibiteur des développements biologiques	Conductivité
gluconate de sodium CAS 527-07-1	- Utilisé en mélange dans ultrasil 59	- Produit de nettoyage chimique	COT
U10= P3-ULTRASIL 10®	- Solution de 0,2 à 1,5%	- Produit de nettoyage chimique	COT, pH, conductivité, phosphates
U43= P3-ULTRASIL 43®	- Solution de 0,5 à 1%	- Nettoyage chimique	COT, pH, conductivité, phosphates

U59= P3-ULTRASIL 59®	Solution de 0,5 à 1%	Nettoyage chimique	COT, pH, conductivité, phosphates
Rover®	Solution de 0,5 à 2%	Conditionnement	pH, conductivité, demande en chlore, potentiel redox

ANNEXE 4 - Informations à fournir pour l'inscription d'un produit dans la liste de référence des substances et produits préconisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection

Informations à fournir pour l'inscription d'un produit dans la liste de référence des substances et produits préconisés pour le conditionnement, la conservation, le nettoyage et la désinfection

Pour inscrire un nouveau produit dans la liste le demandeur doit communiquer au laboratoire les informations relatives à la nature des produits utilisés pour :

- le conditionnement,
- la conservation,
- le nettoyage,
- la désinfection,

en précisant pour chaque produit :

- la dénomination commerciale ;
- les noms / références des constituants (préparations commerciales ou substances actives) ainsi que leur degré de pureté;
- les conditions de leur utilisation (exemples : pendant le stockage, pendant des arrêts prolongés du module, doses d'emploi, temps de contact, température) ;
- les procédures de rinçage préconisées et les données relatives à l'évaluation de leur efficacité (gestion des effluents, existence de traceurs éventuels permettant de suivre l'efficacité du rinçage, informations sur les possibilités de neutraliser ces produits avant rejet si cela est possible, etc.) ;
- des données sur la (ou les) méthodes d'analyses disponibles pour suivre la présence du produit ou de sa principale substance active ou du traceur dans les eaux, en précisant les critères de performance de la (ou des) méthodes concernées ;
- toute autre information qui s'avérerait utile.

**ANNEXE 5– Liste des composés organiques volatils
(organohalogénés ou non organohalogénés) à analyser a
*minima***

Liste des composés organiques volatils (organohalogénés ou non organohalogénés) à analyser *a minima*

Paramètres	Normes d'essai
Benzène µg/L	NF EN ISO 11423-1
Toluène	NF EN ISO 11423-1
Ethylbenzène	NF EN ISO 11423-1
Xylènes (m+p)	NF EN ISO 11423-1
Xylène ortho	NF EN ISO 11423-1
1,2,3-triméthylbenzène	NF EN ISO 15680
1,2,4-triméthylbenzène	NF EN ISO 15680
1,3,5-triméthylbenzène	NF EN ISO 15680
Isopropylbenzène	NF EN ISO 15680
Trans 1,2-dichloroéthylène	NF EN ISO 10301
1,1,1-trichloroéthane	NF EN ISO 10301
1,1,2-trichloroéthane	NF EN ISO 15680
1,1-dichloroéthane	NF EN ISO 15680
1,1-dichloroéthylène	NF EN ISO 10301
1,2-dichloroéthane	NF EN ISO 10301
Cis 1,2-dichloroéthylène	NF EN ISO 10301
Bromochlorométhane	NF EN ISO 10301
Bromoforme	NF EN ISO 10301
Chloroforme	NF EN ISO 10301
Dibromochlorométhane	NF EN ISO 10301
Dichlorobromométhane	NF EN ISO 10301
Tétrachloroéthylène	NF EN ISO 10301
Tétrachlorure de carbone	NF EN ISO 15680
Trichloroéthylène	NF EN ISO 10301
Acétone	XP P 41-250-2
Butanone	XP P 41-250-2
Méthyl isobutyl cétone	XP P 41-250-2
Acétate d'éthyle	XP P 41-250-2

ANNEXE 6 - Liste indicative des micro-organismes pouvant être utilisés lors des essais de rétention

Liste indicative des micro-organismes pouvant être utilisés lors des essais de rétention

A titre d'exemples :

- *Cryptosporidium*
- Spores de *Clostridium*
- Virus : Bactériophage MS2
- Bactéries : GRAM positif
 - *Staphylococcus aureus*
 - *Micrococcus luteus*
- Bactéries GRAM négatif
 - *Escherichia coli*
 - *Brevundimonas diminuta*
 - *Pseudomonas aeruginosa*

ANNEXE 7 - Modèle de présentation de l'avis relatif à la mise sur le marché d'un module de filtration membranaire et du procédé le mettant en œuvre

Modèle de présentation de l'avis relatif à la mise sur le marché d'un module de filtration membranaire et du procédé le mettant en œuvre

Le module de filtration membranaire "NOM DU MODULE" a fait l'objet d'une évaluation réalisée suivant les exigences de l'arrêté du "RÉFÉRENCE DE L'ARRETE" pris à la suite du rapport de l'Afssa "RÉFÉRENCE DU RAPPORT DE L'AFSSA".

L'évaluation du module de filtration membranaire a été réalisée par le laboratoire ("NOM et ADRESSE DU LABORATOIRE"), habilité par le ministère chargé de la santé..

Nature de la membrane : un polyamide réticulé.

Utilisation prévue : *nanofiltration* (par exemple) pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine.

Produits testés pour le conditionnement, le nettoyage et la désinfection du module de filtration membranaire "NOM DU MODULE" et conditions de rinçage préconisées :

(Exemple)

	Produits testés	Conditions de rinçage préconisées
Conditionnement initial	Bisulfite de sodium en solution aqueuse à ... %	rinçage à l'eau pendant ... heures en continu, à un débit de ...
Conservation		
Nettoyage chimique	Soude à pH =...	rinçage à l'eau pendant ... mn en continu au débit de ...
	puis Acide citrique à pH =...	rinçage à l'eau pendant ...heures en continu, au débit de ...
Désinfection	Peroxyde d'hydrogène	rinçage à l'eau pendant ... heures en continu, au débit de ...

Le laboratoire ("NOM DU LABORATOIRE") constate que les preuves d'innocuité présentées par ("NOM DU PÉTITIONNAIRE") pour le module de filtration membranaire ("NOM DU MODULE") en vue de son utilisation pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine sont (CONFORMES / NON CONFORMES) aux exigences réglementaires applicables, sous réserve qu'il soit utilisé avec les produits de conditionnement, de nettoyage et de désinfection et les conditions de rinçage testés lors des essais de migration.

La vérification des revendications d'efficacité portant sur ..., selon les conditions de mise en œuvre ..., a été réalisée par le laboratoire accrédité (pour...) indépendant (ou équivalent européen) ("**NOM et ADRESSE du laboratoire**").

Le laboratoire (habilité) ("NOM DU LABORATOIRE") constate que les preuves d'efficacité revendiquées par ("NOM DU PÉTITIONNAIRE") pour le procédé mettant en oeuvre le module de filtration membranaire ("NOM DU MODULE") en vue de son utilisation pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine sont (ACCEPTABLES / INACCEPTABLES).

En conclusion, Le laboratoire (habilité) ("NOM DU LABORATOIRE") émet un avis (FAVORABLE/DÉFAVORABLE) à la mise sur le marché du module de filtration membranaire ("NOM DU MODULE") ou de la famille de modules de filtration membranaire ("NOM DE LA FAMILLE DE MODULE").

Date et signature

Copie : DGS